

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA  
MECÂNICA**

**MICROESTRUTURA E COMPORTAMENTO MECÂNICO  
DE LIGAS FERROSAS SINTERIZADAS NITRETADAS  
POR PLASMA: UM ESTUDO EXPERIMENTAL**

**TESE SUBMETIDA À UNIVERSIDADE FEDERAL  
DE SANTA CATARINA PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE  
DOUTOR EM ENGENHARIA MECÂNICA**

**HELIO DE BRITO COSTA**

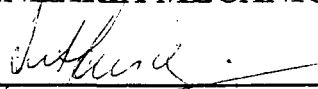
**FLORIANÓPOLIS, AGOSTO DE 1998**


**MICROESTRUTURA E COMPORTAMENTO MECÂNICO  
DE LIGAS FERROSAS SINTERIZADAS NITRETADAS  
POR PLASMA: UM ESTUDO EXPERIMENTAL**


**HELIO DE BRITO COSTA**

**ESTA TESE FOI JULGADA PARA OBTENÇÃO DO TÍTULO DE  
DOUTOR EM ENGENHARIA**

**ESPECIALIDADE ENGENHARIA MECÂNICA E APROVADA EM SUA  
FORMA FINAL PELO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM  
ENGENHARIA MECÂNICA**

  
\_\_\_\_\_  
ANTÔNIO ROGÉRIO DE SOUZA - ORIENTADOR

  
\_\_\_\_\_  
INGEBORG KUHN-A. - CO-ORIENTADORA

  
\_\_\_\_\_  
JÚLIO CÉSAR PASSOS - COORDENADOR DO CURSO

**BANCA EXAMINADORA**

  
\_\_\_\_\_  
ANTÔNIO ROGÉRIO DE SOUZA, DR. D'ETAT - PRESIDENTE

  
\_\_\_\_\_  
CARLOS AUGUSTO SILVA DE OLIVEIRA, DR. SC.

  
\_\_\_\_\_  
FATHI AREF IBRAHIM DARWISH, Ph.D.

  
\_\_\_\_\_  
HUMBERTO GRACHER RIELLA, DR. ING.

  
\_\_\_\_\_  
INGEBORG KUHN-A., DR. ENG.

  
\_\_\_\_\_  
LÍRIO SCHAEFFER, DR. ING.

  
\_\_\_\_\_  
PEDRO AMEDEO NANNETTI BERNARDINI, DR. ENG.



A meus pais  
James (*in memoriam*) e Maria Angélica

A minha tia  
Olga Flávia

À minha filha  
Roberta

À Humanidade.

## AGRADECIMENTOS

Desejo expressar meus sinceros agradecimentos às seguintes pessoas:

- À Prof<sup>a</sup>. INGEBORG KÜHN, pela sua orientação, apoio, dedicação e incentivo, decisivos para a realização deste trabalho;
- Ao Prof. ANTÔNIO ROGÉRIO DE SOUZA, pelo seu incentivo e suporte;
- Ao Prof. ROGÉRIO TADEU DA SILVA FERREIRA, pelo apoio e compreensão demonstrados quando exerceu a chefia do Departamento de Engenharia Mecânica;
- Ao Prof. FATHI DARWISH e a ADRIAN GIASSONE, da PUC/RJ, pela sua boa vontade e por seu auxílio na realização de ensaios mecânicos;
- Ao Prof. MARCOS SCHIEFFLER e ao pessoal do Laboratório de Ensaios de Materiais do CEFET/PR, em Curitiba, pela sua valiosa cooperação na execução de ensaios mecânicos;
- Aos alunos FÁBIO ROSA MARTELOZO, FLÁVIO VICENTINI e EVERTON RAFAEL BREITENBACH, pela grande ajuda prestada;
- A todos aqueles que, de algum modo, colaboraram para que este trabalho pudesse chegar a bom termo.

# **MICROESTRUTURA E COMPORTAMENTO MECÂNICO DE LIGAS FERROSAS SINTERIZADAS NITRETADAS POR PLASMA: UM ESTUDO EXPERIMENTAL**

## **RESUMO**

Neste trabalho estuda-se o efeito de cinco diferentes composições da atmosfera de tratamento de nitretação por plasma, duas das quais com adição de metano, sobre a microestrutura e o perfil de microdureza de três ligas ferrosas sinterizadas de amplo emprego comercial: o ferro puro, a liga Fe-1,5%Mo e o aço estrutural pré-ligado Fe-1,5%Mo-0,5%C. No ferro e no aço investiga-se também o efeito de três dessas misturas gasosas, com composições típicas de uso industrial, sobre a microtextura superficial e o comportamento mecânico em tração monotônica e em fadiga flexional, sob os pontos de vista quantitativo e fractográfico.

Constata-se que os tratamentos por plasma ocasionam um aumento moderado na resistência e um decréscimo notável na ductilidade à tração, bem como um incremento significativo na resistência à fadiga dos materiais estudados, sobretudo no caso do tratamento com mistura gasosa contendo carbono. Tais alterações de propriedades mecânicas estão associadas a modificações características na microestrutura e à atuação de micromecanismos de fratura frágil na camada nitretada.

Adicionalmente e para fins de comparação, descrevem-se as alterações causadas por tratamentos similares de nitretação por plasma na microestrutura e no comportamento à fadiga de um aço estrutural convencional altamente nitretável.

# **MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL BEHAVIOR OF PLASMA-NITRIDED SINTERED FERROUS ALLOYS: AN EXPERIMENTAL STUDY**

## **ABSTRACT**

The effect of five different plasma-nitriding treatment-gas mixtures, two of which containing methane additions, on the microstructure and on the microhardness profile of three sintered ferrous alloys of wide commercial applicability – pure iron, Fe-1,5%Mo alloy and pre-alloyed Fe-1,5%Mo-0,5%C structural steel – is studied and compared. With the iron and the steel, the effect of three such gaseous mixtures, with typical industrially employed compositions, on the surface morphology and on the mechanical behavior in monotonic tension and in bending fatigue is also investigated, both quantitatively and fractographically.

The results show that the plasma treatments cause a moderate increase in tensile strength with a notable decrease in tensile ductility, and a considerable increase in fatigue strength of the investigated materials, especially in the case of the carbon-containing treatment gas. Such alterations in mechanical properties are associated with characteristic changes in the microstructure and with the operation of brittle fracture micromechanisms in the nitrided layer.

Additionally and for comparison, the changes in microstructure, microhardness profile and fatigue behavior of a conventional highly nitridable structural steel, due to similar plasma-nitriding treatments, are described.

# SUMÁRIO

<b>CAPÍTULO 1 – INTRODUÇÃO .....</b>	<b>1</b>
<b>CAPÍTULO 2 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA E FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA .....</b>	<b>5</b>
<b>2.1 – AÇOS SINTERIZADOS PARA FINS ESTRUTURAIS .....</b>	<b>5</b>
2.1.1 – Características Gerais .....	5
2.1.2 – O Processo de Sinterização .....	6
2.1.3 – Densificação .....	7
2.1.4 – Reforço por Elementos de Liga .....	8
2.1.4.1 – Generalidades .....	8
2.1.4.2 – Efeito do Carbono .....	10
2.1.4.3 – Efeito do Cobre .....	10
2.1.4.4 – Efeito do Fósforo .....	11
2.1.4.5 – Efeito do Níquel .....	11
2.1.4.6 – Efeito do Molibdênio .....	11
2.1.5 – Tratamentos Térmicos .....	12
<b>2.2 – PROPRIEDADES MECÂNICAS DOS AÇOS SINTERIZADOS .....</b>	<b>14</b>
2.2.1 – Aspectos Gerais .....	14
2.2.2 – Propriedades Monotônicas .....	15
2.2.2.1 – Módulo Elástico .....	15
2.2.2.2 – Resistência à Tração .....	16
2.2.2.3 – Limite de Escoamento .....	16
2.2.2.4 – Ductilidade .....	16
2.2.2.5 – Alteração Volumétrica e Assimetria nos Comportamentos Tensivo e Compressivo .....	17
2.2.2.6 – Tenacidade ao Impacto .....	18
2.2.2.7 – Tenacidade à Fratura .....	18
2.2.2.8 – Dureza .....	19
2.2.3 – Comportamento à Fadiga .....	19
2.2.3.1 – Aspectos Gerais .....	19
2.2.3.2 – Efeitos dos Poros .....	20
2.2.3.3 – Relação entre a Resistência à Fadiga e Propriedades Monotônicas .....	21
2.2.3.4 – Limite de Escoamento sob Carregamento Cíclico .....	21
2.2.3.5 – Crescimento de Trincas de Fadiga .....	22
2.2.3.6 – Efeito do Modo de Carregamento .....	22
2.2.3.7 – Efeito da Tensão Média .....	23
2.2.3.8 – Sensibilidade a Entalhes Externos .....	23
2.2.3.9 – Efeito de Tratamentos Pós-Sinterização .....	24
<b>2.3 – NITRETAÇÃO DE AÇOS SINTERIZADOS .....</b>	<b>26</b>
2.3.1 – Tratamentos Superficiais dos Aços Sinterizados .....	26
2.3.2 – Nitretação e Carbonitretação dos Aços .....	26
2.3.3 – Processos Convencionais de Nitretação .....	29

2.3.3.1 – Nitretação a Gás .....	29
2.3.3.2 – Nitretação Líquida .....	30
2.3.4 – Nitretação por Plasma .....	30
2.3.4.1 – Princípios da Nitretação por Plasma .....	31
2.3.4.2 – Técnica da Nitretação por Plasma .....	31
2.3.5 – Aspectos Metalúrgicos da Nitretação por Plasma .....	32
2.3.6 – Efeitos da Nitretação por Plasma sobre as Propriedades Mecânicas .....	37
 <b>CAPÍTULO 3 – MATERIAIS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS .....</b>	<b>41</b>
3.1 – MATERIAIS SINTERIZADOS .....	41
3.1.1 – Seleção dos Materiais .....	41
3.1.2 – Caracterização e Preparação dos Pós .....	41
3.1.3 – Compactação de Corpos de Prova .....	42
3.1.4 – Sinterização .....	44
3.2 – MATERIAL CONVENCIONAL (NÃO SINTERIZADO) .....	45
3.3 – NITRETAÇÃO POR PLASMA .....	45
3.4 – PREPARAÇÃO METALOGRAFICA .....	47
3.5 – ANÁLISES POR RAIOS X .....	48
3.6 – PERFIS DE MICRODUREZA .....	48
3.7 – ENSAIOS MECÂNICOS .....	49
3.7.1 – Ensaios de Tração .....	49
3.7.2 – Ensaios de Fadiga em Flexão Plana .....	49
3.7.3 – Ensaios de Fadiga em Flexão de Três Pontos .....	50
3.8 – DETERMINAÇÃO DA MICROTEXTURA SUPERFICIAL .....	51
3.9 – EXAMES FRACTOGRÁFICOS .....	51
3.10 – SINOPSE DOS MÉTODOS EXPERIMENTAIS .....	52
 <b>CAPÍTULO 4 – RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>	<b>53</b>
4.1 – MICROESTRUTURAS DOS MATERIAIS ESTUDADOS .....	53
4.1.1 – Ferro Puro Sinterizado .....	53
4.1.2 – Liga Fe-1,5%Mo Sinterizada .....	63
4.1.3 – Aço 1,5Mo-0,5C Sinterizado .....	70
4.1.4 – Aço Convencional ASTM A 387/5 .....	76
4.1.5 – Observações Finais sobre a Microestrutura dos Materiais Investigados .....	82

4.2 – TEXTURA SUPERFICIAL DOS MATERIAIS NITRETADOS .....	83
4.2.1 – Exame Microscópico .....	83
4.2.2 – Estudo Rugosimétrico .....	86
4.3 – EFEITO DA NITRETAÇÃO POR PLASMA SOBRE AS PROPRIEDADES MECÂNICAS .....	96
4.3.1 – Tração Uniaxial .....	96
4.3.2 – Fadiga em Flexão Plana .....	99
4.3.3 – Fadiga em Flexão de Três Pontos .....	103
4.4 – ANÁLISE FRACTOGRÁFICA .....	104
4.4.1 – Fractografia de Tração .....	104
4.4.2 – Fractografia de Fadiga em Flexão Plana .....	111
4.4.3 – Fractografia de Fadiga em Flexão de Três Pontos .....	112
<b>CAPÍTULO 5 – CONCLUSÕES .....</b>	<b>126</b>
5.1 – ANÁLISE MICROESTRUTURAL .....	126
5.1.1 – Materiais Sinterizados .....	126
5.1.2 – Aço Convencional ASTM A 387/5 .....	127
5.2 – TEXTURA SUPERFICIAL DOS MATERIAIS NITRETADOS .....	128
5.3 – EFEITO DA NITRETAÇÃO POR PLASMA SOBRE AS PROPRIEDADES MECÂNICAS .....	128
5.3.1 – Tração Uniaxial .....	128
5.3.2 – Fadiga em Flexão Plana .....	128
5.4 – ANÁLISE FRACTOGRÁFICA .....	129
5.4.1 – Fractografia de Tração .....	129
5.4.2 – Fractografia de Fadiga em Flexão Plana .....	129
5.4.3 – Fractografia de Fadiga em Flexão de Três Pontos .....	130
<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>132</b>
<b>APÊNDICE I .....</b>	<b>148</b>

## LISTA DE FIGURAS

<b>FIG. 2.1</b> – Diagrama de equilíbrio Fe – N .....	27
<b>FIG. 2.2</b> – Secções isotérmicas do diagrama de equilíbrio Fe – C – N .....	28
<b>FIG. 3.1</b> – Corpo de prova do tipo "cotonete", empregado nos ensaios de tração uniaxial e de fadiga em flexão plana .....	43
<b>FIG. 3.2</b> – Corpo de prova Charpy com entalhe em V, utilizado para ensaios de fadiga sob flexão de três pontos .....	43
<b>FIG. 3.3</b> – Ciclo térmico tipicamente representativo do procedimento de produção de espécimes sinterizados .....	44
<b>FIG. 3.4</b> – Esquema do reator-piloto de nitretação por plasma do LABMAT/EMC/UFSC ...	46
<b>FIG. 3.5</b> – Ferramental para ensaio de flexão de três pontos em CP Charpy .....	50
<b>FIG. 4.1</b> – Microestrutura do ferro puro sinterizado .....	53
<b>FIG. 4.2</b> – Microestrutura do ferro nitretado com a mistura gasosa A .....	54
<b>FIG. 4.3</b> – Ferro nitretado com o gás A .....	54
<b>FIG. 4.4</b> – Espectros de difração de raios X da superfície do ferro sinterizado .....	54
<b>FIG. 4.5</b> – Aspectos do ferro nitretado com o gás A .....	55
<b>FIG. 4.6</b> – Microestrutura do ferro nitretado com o gás B .....	56
<b>FIG. 4.7</b> – Microestrutura do ferro nitretado com o gás B .....	56
<b>FIG. 4.8</b> – Ferro nitretado com o gás B: detalhe da zona de difusão .....	57
<b>FIG. 4.9</b> – Microestrutura do ferro carbonitretado com o gás C .....	57
<b>FIG. 4.10</b> – Camada de compostos no ferro carbonitretado (gás C) .....	58
<b>FIG. 4.11</b> – Camada de compostos no ferro carbonitretado (gás C) .....	58
<b>FIG. 4.12</b> – Camada de compostos na superfície e em torno de poros subsuperficiais no ferro carbonitretado (gás C) .....	59
<b>FIG. 4.13</b> – Zona de difusão do ferro carbonitretado (gás C).....	59
<b>FIG. 4.14</b> – Microestrutura do ferro carbonitretado com a mistura D .....	60
<b>FIG. 4.15</b> – Microestrutura do ferro nitretado com a mistura gasosa E .....	60
<b>FIG. 4.16</b> – Ferro nitretado com o gás E .....	61
<b>FIG. 4.17</b> – Zona de difusão no ferro nitretado com o gás E .....	61
<b>FIG. 4.18</b> – Camada nitretada no entalhe de CP Charpy de ferro nitretado .....	62
<b>FIG. 4.19</b> – Perfis de microdureza do ferro nitretado .....	63
<b>FIG. 4.20</b> – Microestrutura da liga Fe-1,5%Mo tal como sinterizada .....	63
<b>FIG. 4.21</b> – Liga Fe-1,5Mo nitretada com o gás A .....	65
<b>FIG. 4.22</b> – Liga Fe-1,5Mo nitretada com o gás A .....	65
<b>FIG. 4.23</b> – Liga Fe-1,5Mo nitretada com o gás B .....	66
<b>FIG. 4.24</b> – Liga Fe-1,5Mo nitretada com o gás B .....	66
<b>FIG. 4.25</b> – Liga Fe-1,5Mo (carbo)nitretada com o gás C .....	66
<b>FIG. 4.26</b> – Liga Fe-1,5Mo (carbo)nitretada com o gás C .....	67
<b>FIG. 4.27</b> – Liga Fe-1,5Mo (carbo)nitretada com o gás D .....	67
<b>FIG. 4.28</b> – Liga Fe-1,5Mo (carbo)nitretada com o gás D .....	67
<b>FIG. 4.29</b> – Liga Fe-1,5Mo nitretada com o gás E .....	68
<b>FIG. 4.30</b> – Liga Fe-1,5Mo nitretada com o gás E .....	68
<b>FIG. 4.31</b> – Espectros de difração de raios X da superfície da liga Fe-1,5Mo sinterizada .....	69
<b>FIG. 4.32</b> – Perfis de microdureza da liga Fe-1,5Mo nitretada .....	69
<b>FIG. 4.33</b> – Microestrutura do aço 1,5Mo-0,5C tal como sinterizado .....	70
<b>FIG. 4.34</b> – Aço 1,5Mo-0,5C nitretado com o gás A .....	71



<b>FIG. 4.35</b> – Aço 1,5Mo-0,5C nitretado com o gás A .....	72
<b>FIG. 4.36</b> – Aço 1,5Mo-0,5C nitretado com o gás B .....	72
<b>FIG. 4.37</b> – Aço 1,5Mo-0,5C nitretado com o gás B .....	72
<b>FIG. 4.38</b> – Aço 1,5Mo-0,5C carbonitretado com o gás C .....	73
<b>FIG. 4.39</b> – Aço 1,5Mo-0,5C carbonitretado com o gás C .....	73
<b>FIG. 4.40</b> – Aço 1,5Mo-0,5C carbonitretado com o gás D .....	74
<b>FIG. 4.41</b> – Aço 1,5Mo-0,5C carbonitretado com o gás D .....	74
<b>FIG. 4.42</b> – Aço 1,5Mo-0,5C nitretado com o gás E .....	74
<b>FIG. 4.43</b> – Espectros de difração de raios X da superfície do aço 1,5Mo-0,5C sinterizado ..	75
<b>FIG. 4.44</b> – Perfis de microdureza do aço 1,5Mo-0,5C nitretado .....	75
<b>FIG. 4.45</b> – Microestrutura do aço ASTM A 387/5 tal como recebido .....	77
<b>FIG. 4.46</b> – Microestrutura do aço ASTM A 387/5 nitretado com o gás A .....	78
<b>FIG. 4.47</b> – Superfície do aço ASTM A 387/5 nitretado com o gás A (MEV) .....	78
<b>FIG. 4.48</b> – Microestrutura do aço ASTM A 387/5 nitretado com o gás B .....	78
<b>FIG. 4.49</b> – Microestrutura do aço ASTM A 387/5 nitretado com o gás C .....	79
<b>FIG. 4.50</b> – Microestrutura do aço ASTM A 387/5 nitretado com o gás C .....	79
<b>FIG. 4.51</b> – Microestrutura do aço ASTM A 387/5 nitretado com a mistura 90%N <sub>2</sub> -10%H <sub>2</sub> ..	80
<b>FIG. 4.52</b> – Espectros de difração de raios X do aço ASTM A 387/5 .....	80
<b>FIG. 4.53</b> – Perfis de microdureza do aço ASTM A 387/5 nitretado .....	81
<b>FIG. 4.54</b> – Textura superficial dos materiais sinterizados .....	84
<b>FIG. 4.55</b> – Superfície do ferro tal como sinterizado .....	85
<b>FIG. 4.56</b> – Textura superficial dos materiais sinterizados .....	85
<b>FIG. 4.57</b> – Textura superficial do aço convencional ASTM A 387/5 .....	86
<b>FIG. 4.58</b> – Típico perfil de rugosidade para a face P tal como sinterizada .....	87
<b>FIG. 4.59</b> – Típico perfil de rugosidade para a face M tal como sinterizada .....	87
<b>FIG. 4.60</b> – Efeito da nitretação por plasma sobre o parâmetro de rugosidade R <sub>a</sub> .....	93
<b>FIG. 4.61</b> – Efeito da nitretação por plasma sobre o parâmetro de rugosidade R <sub>pm</sub> .....	94
<b>FIG. 4.62</b> – Curvas típicas de escoamento em tração dos materiais na condição tal como sinterizada .....	96
<b>FIG. 4.63</b> – Valores médios obtidos para o limite de escoamento, limite de resistência e alongamento na fratura do ferro sinterizado .....	97
<b>FIG. 4.64</b> – Valores médios obtidos para o limite de resistência e alongamento na fratura do aço sinterizado .....	98
<b>FIG. 4.65</b> – Resultados dos ensaios de fadiga em flexão plana e curvas medianas S-N .....	101
<b>FIG. 4.66</b> – Micromecanismos de fratura no ferro sinterizado não nitretado .....	104
<b>FIG. 4.67</b> – Aspectos da superfície lateral dos espécimes fraturados de ferro não nitretado ..	105
<b>FIG. 4.68</b> – Superfície lateral de CP de tração de ferro nitretado .....	106
<b>FIG. 4.69</b> – Fratura em tração do ferro nitretado .....	107
<b>FIG. 4.70</b> – Mecanismos de fratura em tração no aço ao Mo não nitretado .....	108
<b>FIG. 4.71</b> – Superfície lateral dos CP de tração de aço ao Mo .....	109
<b>FIG. 4.72</b> – Superfícies de fratura em tração do aço ao Mo nitretado .....	110
<b>FIG. 4.73</b> – Fratura por fadiga no ferro não tratado .....	112
<b>FIG. 4.74</b> – Modos de fratura por fadiga no ferro nitretado .....	113
<b>FIG. 4.75</b> – Fratura por fadiga no aço ao Mo não nitretado .....	114
<b>FIG. 4.76</b> – Fratura por fadiga no aço ao Mo nitretado .....	115
<b>FIG. 4.77</b> – Fratura por fadiga na raiz do entalhe de CP Charpy sinterizados não Nitretados .....	116
<b>FIG. 4.78</b> – Fratura por fadiga no ferro nitretado (CP Charpy) .....	117
<b>FIG. 4.79</b> – Fratura por fadiga (CP Charpy) no ferro (carbo)nitretado com o gás D .....	118

<b>FIG. 4.80</b> – Fratura por fadiga no ferro nitretado com o gás <b>E</b> .....	119
<b>FIG. 4.81</b> – Fratura por fadiga no aço ao Mo nitretado (CP Charpy) .....	120
<b>FIG. 4.82</b> – Fratura por fadiga no aço ao Mo nitretado (CP Charpy) .....	121
<b>FIG. 4.83</b> – Fratura por fadiga no aço ASTM A 387/5 não nitretado .....	122
<b>FIG. 4.84</b> – Superfície fraturada de um CP Charpy de aço ASTM A 387/5 .....	122
<b>FIG. 4.85</b> – Superfície de fratura do aço ASTM A 387/5, nitretado com a mistura <b>A</b> .....	123
<b>FIG. 4.86</b> – Superfície de fratura do aço ASTM A 387/5, nitretado com a mistura <b>B</b> .....	124
<b>FIG. 4.87</b> – Superfície de fratura do aço ASTM A 387/5, nitretado com a mistura <b>C</b> .....	124
<b>FIG. 4.88</b> – Superfície de fratura do aço ASTM A 387/5, nitretado com a mistura 90N <sub>2</sub> /10H <sub>2</sub> .....	125
<b>FIG. 4.89</b> – CP Charpy de aço ASTM A 387/5 fraturado monotonicamente .....	125

## LISTA DE TABELAS

<b>TABELA 3.1</b> – Análise Química dos Pós Metálicos Usados Fornecida pelo Fabricante .....	41
<b>TABELA 3.2</b> – Distribuição de Tamanho de Partícula dos Pós Metálicos Usados .....	42
<b>TABELA 3.3</b> – Atmosferas de Tratamento .....	46
<b>TABELA 3.4</b> – Sinopse dos Principais Métodos Experimentais .....	52
<b>TABELA 4.1</b> – Dados de Espessura da Camada Nitretada no Ferro Puro Sinterizado .....	61
<b>TABELA 4.2</b> – Dados de Espessura da Camada Nitretada na Liga Sinterizada Fe-1,5%Mo ..	64
<b>TABELA 4.3</b> – Dados de Espessura da Camada Nitretada no Aço Sinterizado 1,5%Mo-0,5%C .....	71
<b>TABELA 4.4</b> – Dados de Espessura da Camada Nitretada no Aço Convencional ASTM A 387/5 .....	77
<b>TABELA 4.5</b> – Parâmetros de Rugosidade do Ferro Sinterizado Não Nitretado .....	87
<b>TABELA 4.6</b> – Parâmetros de Rugosidade do Aço 1,5Mo-0,5C Sinterizado Não Nitretado .	88
<b>TABELA 4.7</b> – Rugosidade do Ferro antes e depois da Nitretação com a Mistura A .....	88
<b>TABELA 4.8</b> – Rugosidade do Ferro antes e depois da Nitretação com a Mistura B .....	89
<b>TABELA 4.9</b> – Rugosidade do Ferro antes e depois da Nitretação com a Mistura C .....	89
<b>TABELA 4.10</b> – Rugosidade do Ferro antes e depois da Nitretação com a Mistura D .....	90
<b>TABELA 4.11</b> – Rugosidade do Aço 1,5Mo-0,5C antes e depois da Nitretação com o Gás A .....	90
<b>TABELA 4.12</b> – Rugosidade do Aço 1,5Mo-0,5C antes e depois da Nitretação com o Gás B .....	91
<b>TABELA 4.13</b> – Rugosidade do Aço 1,5Mo-0,5C antes e depois da Nitretação com o Gás C .....	92
<b>TABELA 4.14</b> – Rugosidade do Aço 1,5Mo-0,5C antes e depois da Nitretação com o Gás D .....	92
<b>TABELA 4.15</b> – Propriedades de Tração do Ferro Sinterizado .....	97
<b>TABELA 4.16</b> – Propriedades de Tração do Aço 1,5Mo-0,5C Sinterizado .....	97
<b>TABELA 4.17</b> – Resultados de Fadiga em Flexão Plana para o Ferro Sinterizado .....	100
<b>TABELA 4.17</b> – Resultados de Fadiga em Flexão Plana para o Aço 1,5Mo-0,5C Sinterizado .....	100
<b>TABELA 4.19</b> – Número de Ciclos até a Fratura na Fadiga sob Flexão de Três Pontos .....	103

# CAPÍTULO 1

## INTRODUÇÃO

Entre os vários processos de fabricação em massa de peças estruturais e componentes metálicos, especialmente de aços e outras ligas ferrosas, a Metalurgia do Pó, ou Pulvimetalurgia, desempenha um papel importante como alternativa econômica em termos de material e energia, possibilitando a produção de componentes na forma acabada, com precisão dimensional, alta reprodutibilidade e pouca ou nenhuma necessidade de usinagem, em muitos casos com uma automatização quase total do processo (Thümmler & Oberacker, 1993; Kalpakjian, 1995).

Por outro lado, os produtos da Metalurgia do Pó ainda têm sua aplicabilidade limitada por algumas características inerentes, tais como restrições quanto às formas geométricas que podem ser produzidas economicamente, e suas propriedades mecânicas, que em muitos casos se mostram inferiores às de produtos similares fabricados mediante processos metalúrgicos mais convencionais como a conformação plástica.

Como se sabe, a microestrutura dos materiais sinterizados apresenta normalmente, como consequência do processo de fabricação a partir do pó, um certo teor de poros, que influem de modo decisivo na resposta desses materiais a solicitações mecânicas externas. Os poros atuam na microestrutura como entalhes internos, ou seja, concentradores de tensão mecânica, de modo que, em geral, um aumento da porosidade induz uma diminuição tanto da resistência ao escoamento plástico e à ruptura quanto da ductilidade, tenacidade à fratura e resistência à fadiga do material. Tais efeitos dependem da quantidade, forma, tamanho e distribuição dos poros presentes. (Bocchini, 1986; Danninger *et al.*, 1990; 1997).

As características geométricas e morfológicas da porosidade recebem a influência de todos os fatores que intervêm no processo de fabricação: composição química e características físicas e morfológicas do pó usado; técnica de coligação empregada; modo e pressão de compactação; tempo e temperatura de sinterização; tratamentos térmicos, mecânicos e termoquímicos posteriores.

Há, portanto, numerosas possibilidades para minimizar ou contornar os efeitos desvantajosos da porosidade. A otimização de propriedades mecânicas pode, em princípio, ser obtida mediante intervenção em diversas etapas do processo produtivo; métodos tradicionais incluem dupla compactação e dupla sinterização, infiltração dos poros com cobre, forjamento de pó, compactação isostática a quente ou sinterização em alta temperatura. Contudo, os custos e limitações inerentes a estes métodos têm restringido a ampliação de seu emprego. Visto que qualquer alteração no processo produtivo tende a aumentar os custos de produção, muitos estudos sistemáticos têm sido empreendidos para determinar quais as modificações mais práticas (Thümmler & Oberacker, *op. cit.*; Esper & Sonsino, 1994; Jones *et al.*, 1997).

Cabe assinalar que atualmente a presença de poros nos aços sinterizados não é mais considerada uma limitação fundamental para o emprego dos mesmos em componentes estruturais, mesmo se sujeitos a esforços cíclicos. É verdade que ainda se encontra entre muitos projetistas uma tendência a evitar o uso de aços sinterizados em tais condições, com base no fato de que não só os valores das propriedades mecânicas “estáticas” dos sinterizados são em geral menores que os de aços convencionais de composição similar, mas também a resistência à fadiga apresenta-se normalmente bastante inferior quando é determinada mediante os ensaios mais usuais, que empregam corpos de prova não entalhados.

Contudo, a vasta maioria dos componentes estruturais mecânicos – como eixos, bielas, alavancas, engrenagens, etc. – possui descontinuidades geométricas e entalhes, que atuam como concentradores de tensão no nível macroscópico. Visto que estes sabidamente modificam o comportamento à fadiga dos materiais, uma comparação adequada entre diferentes materiais, sob o ponto de vista do projeto, requer o uso de espécimes contendo entalhes. Diversas investigações (Sonsino, 1990; Lindqvist, 1992; Esper & Sonsino, *op. cit.*) mostraram que, no caso de entalhes com fator de concentração de tensão acima de 2,0 – comuns em componentes mecânicos – e aços sinterizados de densidade igual ou superior a  $7,1 \text{ g/cm}^3$  – cerca de 90% da densidade “teórica”, i.e., a do material isento de poros – os valores de resistência à fadiga são similares aos de aços convencionais. Tais resultados indicam que, de um modo geral, materiais contendo poros – os quais, como já mencionado, agem como entalhes internos na microestrutura – são menos sensíveis do que materiais não porosos ao enfraquecimento estrutural induzido por entalhes externos. Assim é que aços sinterizados podem se mostrar tecnicamente competitivos para o emprego em componentes estruturais mecânicos, não obstante sua porosidade, e têm efetivamente substituído aços convencionais em diversas aplicações, tais como engrenagens, polias dentadas, bielas, alavancas, balancins, etc.

Métodos para melhorar as propriedades mecânicas dos aços sinterizados, especialmente em condições de fadiga policíclica, incluem diferentes tratamentos pós-sinterização: *processos mecânicos*, como calibração (*sizing*), jatoperussão (*shot peening*) ou laminação superficial, que atuam pela densificação da superfície e introdução de tensões residuais compressivas; *tratamentos térmicos*, como têmpera e revenido ou têmpera por indução, que agem basicamente pelo endurecimento estrutural; *tratamentos termoquímicos*, como cementação, nitrocementação, nitretação e carbonitretação, que conferem adicionalmente ao material maior resistência ao desgaste (Esper & Sonsino, *op. cit.*).

Os tratamentos termoquímicos têm se mostrado um dos recursos mais promissores, tanto do ponto de vista tecnológico quanto econômico. Em comparação com o tratamento convencional de têmpera e revenido, por exemplo, os tratamentos superficiais de nitretação e carbonitretação podem fornecer melhores resultados, por conferirem alta dureza à superfície e introduzirem elevadas tensões residuais compressivas, capazes inclusive de compensar a sensibilidade ao entalhe do material tratado (Michel, 1987; Esper & Sonsino, *op. cit.*).

Neste contexto o processo de nitretação por plasma, ou nitretação iônica – no qual nitrogênio ionizado positivamente ou excitado eletricamente, sob baixa pressão e alta voltagem, reage com a superfície das peças metálicas, polarizadas negativamente, em uma câmara de vácuo – emerge como um avanço tecnológico que oferece sobre os seus congêneres uma série de vantagens, tais como: bom acabamento superficial; alterações dimensionais pequenas ou desprezíveis nas peças; camadas endurecidas uniformes cuja microestrutura pode ser modificada amplamente mediante o controle das condições de operação; alta reprodutibilidade; facilidade de automação e controle por microprocessadores; tempos de operação, consumo de gás e consumo de energia reduzidos; e, muito relevante, a ausência de poluição ambiental, numa época em que considerações de ordem ecológica se mostram fundamentais. Para aços sinterizados o processo por via plásmica mostra-se o mais adequado, quando comparado à nitretação a gás ou em banho de sais (Bas & Molins, 1986; Bocchini *et al.*, 1990; Hombeck & Bell, 1991; Schnatbaum *et al.*, 1993).

Assim, embora a introdução de tratamentos termoquímicos por plasma naturalmente também eleve os custos de produção dos componentes sinterizados, as vantagens deles advindas podem aumentar muito a relação custo – benefício dos produtos, uma vez que ampliam consideravelmente a sua aplicabilidade.

No uso comercial, para a nitretação por plasma dos aços convencionais, foram estabelecidas composições de misturas gasosas  $N_2 - H_2$  e  $N_2 - H_2 - CH_4$  que permitem obter, dependendo também da composição do aço, diferentes microestruturas e diferentes efeitos principais (p.ex., aumento da resistência ao desgaste e/ou à fadiga, redução do coeficiente de atrito, etc.) (Kovacs & Russell, 1987; Michel, 1987; Rembges, 1992a).

No caso dos aços sinterizados a garantia da operacionalização desta tecnologia ainda merece estudos. Não há ainda um entendimento cabal da fenomenologia associada aos tratamentos superficiais por plasma, nem do efeito destes tratamentos sobre a microestrutura e o comportamento mecânico e químico dos materiais porosos. Portanto, para que esta tecnologia possa ser empregada rotineiramente na fabricação em série de componentes que operem satisfatoriamente em serviço dentro de tolerâncias aceitáveis, é preciso investigá-la e avaliá-la mais extensamente. O presente trabalho constitui parte de uma série de pesquisas que vêm sendo realizadas pelo LABMAT/EMC/UFSC visando tal propósito.

Este trabalho possui dois objetivos específicos principais:

- investigar o efeito de diferentes misturas gasosas de tratamento plásmico – com composições similares às misturas típicas de emprego industrial em aços convencionais – sobre as características da camada nitretada em três materiais sinterizados de ampla aplicação comercial: o ferro puro, a liga binária Fe-1,5%Mo – empregada como matéria-prima para aços sinterizados – e um típico aço estrutural nitretável, produzido a partir desta liga, com composição Fe-1,5%Mo-0,5%C;
- estudar a influência da nitretação por plasma com diferentes misturas gasosas sobre o comportamento mecânico do ferro puro – como matéria-prima fundamental de todas as ligas ferrosas sinterizadas – e do aço 1,5%Mo-0,5%C – como aço sinterizado estrutural típico – em condições de tração uniaxial monotônica e de fadiga de médio e alto número de ciclos, sob o ponto de vista tanto da resistência quanto dos micromecanismos de fratura atuantes.

Cabe assinalar que, enquanto os mecanismos conducentes à fratura em materiais convencionais são geralmente bem conhecidos, em materiais sinterizados, devido ao efeito dos poros, observa-se um nível significativamente maior de complexidade, que dificulta consideravelmente a caracterização do comportamento microscópico, especialmente na presença de camadas superficiais endurecidas e em condições de fadiga. São escassos e incompletos os trabalhos, disponíveis na literatura, que abordam tais aspectos. Portanto, um melhor entendimento das relações entre a microestrutura e os mecanismos efetivos de fratura em aços sinterizados certamente será útil para a seleção do material e das etapas de fabricação mais adequadas para aplicações estruturais e de fadiga.

Neste trabalho a fratura por fadiga é caracterizada e analisada sob condições tanto de flexão plana como de flexão de três pontos, tendo esta segunda condição permitido um discernimento mais nítido dos micromecanismos atuantes.

É também investigado o efeito dos tratamentos por plasma sobre a microtextura superficial do ferro e do aço sinterizados, dada a importância desta característica para aplicações tribológicas e a escassez de estudos a este respeito na literatura.

Adicionalmente são apresentados resultados de investigações preliminares quanto ao efeito da mistura gasosa de tratamento sobre a microestrutura e os micromecanismos de fratura por fadiga em um aço estrutural convencional de média liga ao cromo, altamente nitretável. Tais resultados, tanto por si mesmos quanto pelo contraste que oferecem com aqueles obtidos com os

materiais sinterizados, foram julgados de interesse suficiente para merecer apresentação e discussão em conjunto com os demais.

Espera-se com este estudo contribuir para esclarecer a fenomenologia associada ao comportamento mecânico dos aços sinterizados nitretados por plasma e fornecer subsídios para a expansão da aplicação destes materiais a componentes estruturais e elementos de máquinas, tanto no que diz respeito a novas possibilidades de utilização como no que concerne ao aumento da vida útil ou da confiabilidade de componentes já em uso corrente. Ao lado das já bem conhecidas e comprovadas vantagens da fabricação pela tecnologia pulvimetalúrgica, o tratamento posterior pela nitretação ou carbonitretação plásmicas apresenta características suficientes para afirmar-se como uma alternativa técnica, econômica e ecologicamente atraente para a produção de componentes estruturais mais duráveis e confiáveis.

## CAPÍTULO 2

### REVISÃO BIBLIOGRÁFICA E FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

#### 2.1 - AÇOS SINTERIZADOS PARA FINS ESTRUTURAIS

##### 2.1.1 - Características Gerais

As peças estruturais produzidas nos primórdios da metalurgia do pó ferrosa visavam sobretudo a economia em comparação com outros processos de fabricação, sendo destinadas a serviços apenas sob carregamentos moderados. Logo, porém, a indústria reconheceu a necessidade de fornecer componentes capazes de suportar maiores solicitações, inclusive sob condições conducentes à fadiga. Com um melhor entendimento dos processos físicos, químicos, mecânicos e metalúrgicos subjacentes à metalurgia do pó, a tecnologia de fabricação vem progredindo continuamente, aperfeiçoando o controle dos parâmetros de processamento e automatizando diversas operações. O nível das propriedades mecânicas obtidas tem aumentado consideravelmente, e atualmente prosseguem a pesquisa e o desenvolvimento de produtos pulvimetalúrgicos técnica e economicamente competitivos com produtos de alta resistência fabricados por outros métodos (Johnson, 1997; Jones *et al.*, 1997; M & M, Jan. 1997).

A indústria automotiva constitui o maior consumidor de aços estruturais sinterizados (50 a 80% do total produzido, dependendo do país), com os quais são fabricados principalmente componentes do motor, do sistema de transmissão, da suspensão e do chassi, tais como anéis de pistão, guias de válvula, mancais, engrenagens, rodas dentadas, alavancas, bielas, etc. Peças de aços sinterizados são empregadas também em diversos tipos de motores elétricos, equipamentos hidráulicos, equipamentos de escritório, eletrodomésticos, armas leves, componentes aeronáuticos, etc. (James, 1991; Thümmeler & Oberacker, 1993; Kalpakjian, 1995; Jones *et al.*, 1997).

De um modo geral, o requisito mais importante para a obtenção de boas propriedades mecânicas é uma alta densidade ou, equivalentemente, uma baixa porosidade dos compactados sinterizados. Considera-se *alta* densidade, usualmente, um valor superior a 90% da densidade integral (teórica); para aços isto corresponde a densidades acima de 7,0 g/cm<sup>3</sup>. Na prática, a maior parte dos produtos comerciais de alta densidade apresenta valores em torno ou pouco acima deste nível, em razão da dificuldade de ultrapassá-lo empregando-se as técnicas convencionais de compactação em matriz.

A maioria dos aços sinterizados comerciais para fins estruturais foi desenvolvida para atingir uma resistência relativamente elevada em uma única sequência de compactação e sinterização, sem qualquer processamento subsequente, já que qualquer operação adicional envolveria um aumento de custos. Procura-se conseguir alta densidade pelo uso de pós de boa compressibilidade e altas pressões de compactação - garantindo uma alta densidade a verde - e minimizando as alterações dimensionais durante a sinterização. Contudo, a obtenção de propriedades ainda mais elevadas de resistência exige a adoção de procedimentos alternativos, freqüentemente mais caros (Haynes, 1989; Buxbaum & Sonsino, 1990; James, 1991, 1994).

Para se aumentar a resistência mecânica em geral de ligas ferrosas sinterizadas, três são as rotas básicas disponíveis:

- aumento da densidade (*densificação*);



- aumento da resistência da matriz metálica por adição de elementos de liga (*coligação*);
- aumento da resistência da matriz metálica (contendo elementos de liga) mediante tratamento térmico.

Para uma melhora específica da resistência à fadiga e ao desgaste (e, eventualmente, também à corrosão), uma quarta rota pode ser incluída: o endurecimento superficial através de tratamentos termoquímicos, como cementação, nitretação e carbonitretação. Destes, a nitretação e a carbonitretação por plasma serão discutidas em uma secção subsequente deste capítulo.

### 2.1.2 - O Processo de Sinterização

Para um melhor entendimento das relações entre a microestrutura (incluindo os poros) e as propriedades mecânicas dos aços sinterizados, é importante ter-se na devida consideração a ampla variedade de fenômenos físicos, químicos e metalúrgicos que ocorrem na massa de partículas de pó metálico durante o processo de sinterização.

Tais fenômenos são influenciados pelas condições da sinterização (tempo, temperatura, atmosfera) bem como pela composição química da massa de pó. Visto que, em sua maior parte, estão relacionados diretamente com o tempo e a temperatura, um modo conveniente de descrevê-los sucintamente é dividi-los em dois grupos, um associado aos estágios iniciais da sinterização e o outro aos estágios avançados desse processo (Lenel, 1980; Sanderow, 1990).

Nos *estágios iniciais* da sinterização os seguintes fenômenos são importantes:

- *Homogeneização*: a microestrutura bruta das partículas de pó (geralmente dendrítica - p.ex., nos pós atomizados) é desfeita e são eliminadas microsegregações dentro das mesmas; começa a ocorrer difusão entre as partículas de pó.
- *Formação de liga (coligação)*: conforme prossegue o processo de difusão, elementos de liga eventualmente adicionados em mistura (comistão) com as partículas básicas de ferro começam a formar estruturas ligadas com as mesmas. Para elementos como o carbono isto acontece cedo no processo de sinterização; para elementos como o níquel e o molibdênio a difusão é bem mais lenta e necessita maiores tempos e temperaturas para fornecer um nível razoável de homogeneidade.
- *Remoção de gases e óxidos*: reações químicas entre a atmosfera de sinterização ou aditivos misturados, tais como grafite, e os óxidos presentes na superfície das partículas metálicas, também começam já nos primeiros estágios do ciclo de sinterização. A redução dos óxidos e a remoção de gases adsorvidos limpa a superfície das partículas metálicas e promove o processo de difusão.
- *Soldagem das partículas*: a formação de ligações sólidas, ou *necks*, entre as partículas de pó, individuais ou aglomeradas, é o resultado mais crítico dos estágios anteriores da sinterização. São essas ligações entre partículas que conferem integridade e resistência mecânica à massa de pó.

Nos *estágios avançados* da sinterização destacam-se:

- *Densificação*: com o prosseguimento nas temperaturas mais altas do ciclo de sinterização, a porosidade inerente à massa de pó vai sendo reduzida à medida que avança um processo de eliminação de poros por difusão volumétrica de vacâncias em direção aos contornos de grão, resultando em um aumento da densidade do compactado (Thümmeler & Oberacker, 1993).

- *Arredondamento dos poros*: os poros remanescentes na estrutura do compactado perdem sua forma angulosa, irregular, e se tornam mais lisos, tendendo à forma esférica com o aumento do tempo e/ou da temperatura de sinterização.
- *Crescimento de grão*: as partículas individuais de pó vão perdendo sua individualidade à medida que os contornos de grão se movem através dos primitivos contornos de partículas, substituindo por grãos maiores a estrutura original de partículas finas.
- *Fase líquida*: dependendo dos constituintes químicos presentes no pó e da temperatura de sinterização, pode se formar uma fase líquida transiente ou permanente. Essa fase líquida acelera o rearranjo das partículas e a difusão, favorecendo assim a densificação e a difusão.

É importante notar que os fenômenos envolvidos nos primeiros estágios da sinterização continuam durante os estágios mais avançados. Assim, maior tempo e, sobretudo, maior temperatura de sinterização promovem a formação de mais e maiores ligações entre as partículas, bem como maior esferoidização dos poros e melhor homogeneização dos elementos de liga.

Tais fatos favorecem as propriedades mecânicas, especialmente a ductilidade e a tenacidade ao impacto; e são aproveitados na chamada *sinterização em alta temperatura* (SAT – executada na faixa de 1180 a 1350°C, em contraste com a faixa mais convencional de 1100 a 1150°C) (Sanderow, 1990; Buxbaum & Sonsino, 1990; Causton, 1996; Danninger *et al.*, 1996). Por outro lado, fica favorecido o crescimento de grão e, por vezes, também dos poros remanescentes, o que pode ter efeitos prejudiciais sobre as propriedades mecânicas (Sanderow, 1990; Rutz *et al.*, 1996; Cimino *et al.*, 1997). A maior variação dimensional, por sua vez, torna difícil a obtenção de tolerâncias estreitas (Mocarski & Hall, 1990). Tais problemas, bem como os equipamentos mais sofisticados e os maiores recursos e cuidados exigidos, podem compensar os benefícios da SAT, prejudicando a competitividade do processo.

### 2.1.3 - Densificação

O modo mais simples de se atingir maior densidade é aumentar a pressão de compactação. Na prática, porém, torna-se difícil empregar pressões superiores a cerca de 800 MPa, fornecendo, com os pós mais comuns para uso comercial, densidades não superiores a 7,2 g/cm<sup>3</sup>. Além disto, para maiores pressões de compactação o ganho em densidade correspondente a cada aumento de pressão torna-se cada vez mais insignificante (Haynes, 1989; Buxbaum & Sonsino, 1990). Não obstante, é possível aumentar a compressibilidade do pó pelo emprego de lubrificantes, aglutinantes (*binders*) e técnicas de comistão especiais, permitindo a obtenção de densidades ainda maiores (Engström *et al.*, 1992; Narasimhan & Tengzelius, 1992; James, 1994). Relatam-se desenvolvimentos recentes de ligas sinterizadas com fase líquida transiente, atingindo densidades superiores a 7,5 g/cm<sup>3</sup> por simples compactação e sinterização (Esper & Sonsino, 1994).

Durante a compactação as partículas de pó deformam-se plasticamente e encruam; assim, maiores incrementos de densidade exigem uma recompactação após a sinterização – caso em que, se for executada a frio, pode resultar em detrimento das propriedades mecânicas, principalmente sob fadiga, devido ao achatamento dos poros (Ehlert *et al.*, 1990) – e, normalmente, em seguida uma resinterização. Neste último caso, tipicamente a primeira sinterização é executada a temperaturas de cerca de 850°C e a segunda a 1120-1150°C, fornecendo densidades na faixa de 7,2 até cerca de 7,65 g/cm<sup>3</sup>. Densidades ainda maiores requerem métodos mais sofisticados, como compactação isostática a quente, forjamento simultâneo com a sinterização ou outros (Haynes, 1989; James, 1991; Jones *et al.*, 1997).

A compressibilidade dos pós aumenta com a redução do teor de impurezas presentes, o que diminui tanto o limite de escoamento como a taxa de encruamento do material das partículas. Também pós formados por partículas monocristalinas são mais compressíveis, uma vez que contornos de grão contribuem significativamente para o aumento da dureza e da encruabilidade. Pós pré-ligados, por outro lado, são menos compressíveis, já que os elementos de liga na rede cristalina do ferro aumentam-lhe a dureza e a taxa de encruamento. Portanto, são necessárias maiores pressões para se obter uma mesma densidade em compactados de pós de aços pré-ligados do que nos compactados de misturas de pós de ferro puro e dos elementos de liga. Assim, do ponto de vista da densificação é vantajoso partir-se de misturas de pós elementares ou, pelo menos, de pós apenas parcialmente pré-ligados ou de partículas recobertas (Haynes, 1989).

Conforme foi mencionado acima, ocorre uma densificação durante o processo de sinterização; muitos materiais exibem uma contração volumétrica, a qual contudo é de difícil controle e normalmente é considerada indesejável. Em princípio, um modo relativamente simples de se aumentar a densidade seria elevar a temperatura de sinterização. Os ganhos de densidade obtidos pela sinterização em alta temperatura, contudo, são geralmente modestos, e por si só não chegam a compensar, usualmente, problemas como a maior dificuldade de controle dimensional e outros já citados (Sanderow, 1990; Mocarski & Hall, 1990).

O emprego de pós finos conduz a um aumento significativo da densificação durante a sinterização, em virtude da maior área de superfície das partículas de pó. Este efeito vem sendo explorado com sucesso na *moldagem por injeção* de pós metálicos, na qual se usam pós com partículas de diâmetro comumente inferior a 25  $\mu\text{m}$ , tipicamente na faixa de 1 a 10  $\mu\text{m}$ , para produzir peças pequenas, com formas complexas e estreitas tolerâncias dimensionais (Thümmeler & Oberacker, 1993; Gonçalves & Purquério, 1996).

A densidade pode ainda ser aumentada pela sinterização com fase líquida – na presença de elementos de liga adequados, como fósforo ou cobre – ou através da infiltração dos poros do sinterizado – usualmente com cobre –, método tradicional que apresenta contudo algumas desvantagens, como custo elevado, probabilidade de inchamento e possibilidade de erosão da superfície do sinterizado pelo infiltrante (James, 1985; Haynes, 1989).

## **2.1.4 - Reforço por Elementos de Liga**

### **2.1.4.1 - Generalidades**

O enfraquecimento estrutural devido à porosidade pode ser compensado pela adição de elementos de liga, que podem formar solução sólida com o ferro ou misturas de dois ou mais componentes.

Na seleção dos elementos de liga para aços sinterizados leva-se em conta – além do efeito sobre as propriedades mecânicas, temperabilidade, etc., tal como nos aços convencionais – a sua suscetibilidade à oxidação e as alterações dimensionais que causam nas peças durante a sinterização.

A grande área superficial dos pós em relação à sua massa torna-os especialmente suscetíveis à contaminação superficial e, em particular, à oxidação. A presença de películas de óxidos nas regiões de contato entre as partículas pode inibir o processo de sinterização e, em consequência, prejudicar seriamente as propriedades mecânicas do sinterizado; e uma oxidação preferencial pode causar perdas efetivas de elementos de liga. Por isto, além do carbono, os elementos de liga utilizados na metalurgia do pó tradicional, que emprega atmosferas de

sinterização redutoras, endotérmicas ou exotérmicas, têm sido preferencialmente elementos de baixa afinidade pelo oxigênio e de óxidos facilmente redutíveis, como o cobre, o níquel e o molibdênio. Muitos elementos de liga usuais na metalurgia convencional, como o manganês, cromo, vanádio, titânio e silício, por se oxidarem facilmente, formando óxidos de difícil redução, exigem recursos especiais e mais dispendiosos para o seu emprego na metalurgia do pó, tais como sinterização sob vácuo ou gases inertes (e.g., para aços inoxidáveis, V, Si, Ti) ou a adição sob forma de portadores de liga, tais como as chamadas *ligas-mestras* (p.ex., ferroligas contendo P, Cr, Mn ou Si). Neste último caso, o fato de estarem combinados reduz significativamente a atividade química desses metais e possibilita seu uso sob condições convencionais de sinterização (Lenel, 1980; Thümmeler, 1988; Haynes, 1989).

Existem basicamente cinco métodos para a introdução de elementos de liga nos aços sinterizados (Haynes, 1989; Engström *et al.*, 1992; Thümmeler & Oberacker, 1993):

- produção de pós integralmente pré-ligados, pela atomização da liga fundida com a composição desejada;
- comistão de pós elementares ou de ligas-mestras com o pó de ferro;
- comistão, seguida de difusão (ou de agregação com ligantes orgânicos), para produzir um pó parcialmente pré-ligado, no qual pequenas partículas dos elementos de liga ( $<10\ \mu\text{m}$ ) estão agregadas a partículas muito mais grosseiras de ferro;
- revestimento das partículas de pó de ferro com os elementos de liga, por deposição eletrolítica ou química (pós recobertos, ou semiligados);
- infiltração dos poros do ferro sinterizado com os elementos de liga fundidos.

Nos pós pré-ligados os elementos de liga exercem seus efeitos endurecedores em cada partícula, conforme já mencionado, diminuindo a compactabilidade. As vantagens desses pós são a homogeneidade da microestrutura final, que é indispensável em certos casos (e.g., aços inoxidáveis e aços rápidos), e a eliminação de segregações.

Na maioria dos casos, prefere-se partir de pós elementares ou de ligas-mestras, ou parcialmente pré-ligados, por apresentarem menor dureza e encruabilidade, e portanto maior compressibilidade, do que os pós integralmente pré-ligados, além de oferecerem maior versatilidade quanto às composições que podem ser preparadas.

Os pós recobertos oferecem vantagens semelhantes, além de evitar a segregação durante o manuseio e favorecer a distribuição mais homogênea dos elementos de liga durante a sinterização; contudo são ainda caros, de baixa oferta comercial e restritos a determinadas aplicações especiais (Narasimhan & Tengzelius, 1992; Danninger *et al.*, 1996).

Os tamanhos de partícula dos pós de elementos de liga ou ligas-mestras devem ser finos a fim de proporcionar numerosos pontos de contato com as partículas de ferro, facilitando assim a formação da liga durante a sinterização. A distribuição das partículas deve ser a mais homogênea possível, sendo importante minimizar a segregação das diferentes espécies (inclusive lubrificantes e grafite) e a formação de poeiras (*dusting*) durante o manuseio da mistura de pós, o que produz heterogeneidades de composição que resultam em variações de propriedades nas peças fabricadas. Métodos especiais de comistão utilizando aditivos aglutinantes (*binders*) têm sido desenvolvidos com o objetivo de evitar tais problemas (James, 1991, 1994; Narasimhan & Tengzelius, 1992).

O carbono é sempre adicionado a todos os tipos de pó, inclusive os pré-ligados, na forma de pó de grafita, pois se estivesse combinado aumentaria a dureza das partículas, diminuindo a compressibilidade e acelerando o desgaste das ferramentas de compactação. A alta difusividade do carbono no ferro às temperaturas de sinterização proporciona normalmente uma distribuição homogênea deste elemento no material (Thümmeler & Oberacker, 1993).

No que diz respeito às microestruturas metálicas, os aços sinterizados a partir de pós integralmente pré-ligados apresentam-nas em geral similares às dos aços convencionais de mesma composição. Já os aços sinterizados a partir de pós elementares, parcialmente pré-ligados ou semiligados (revestidos) formam normalmente microestruturas complexas, heterogêneas e fora do equilíbrio, de vez que nos tempos e temperaturas usados nas sinterizações comerciais não é possível uma completa homogeneização dos elementos de liga (com exceção do carbono) ou a obtenção do equilíbrio de fases. Tais microestruturas heterogêneas são encontradas somente em materiais sinterizados. Não obstante, constatou-se que, sob diversas condições de sinterização e após diferentes tratamentos térmicos subsequentes, as propriedades mecânicas desses aços são comparáveis e, por vezes, mesmo superiores às de sinterizados de pós pré-ligados de mesma densidade (Haynes, 1989; Engdahl *et al.*, 1990; Engström *et al.*, 1992; Miura *et al.*, 1996). Por mais esta razão, e pelo custo mais elevado dos pós pré-ligados, o emprego destes na fabricação convencional de componentes estruturais tem permanecido limitado.

#### 2.1.4.2 - Efeito do Carbono

A adição de *carbono* visa aumentar a resistência estática e à fadiga e a dureza, tal como nos aços convencionais e, sendo o elemento de liga mais barato, é também o mais usado. Contudo, a ductilidade diminui com o incremento do teor de carbono mais do que nos aços convencionais, devido à porosidade. Sua adição exige um bom controle da atmosfera de sinterização, que deve ter um *potencial de carbono* suficiente para evitar perdas indesejáveis. A resistência máxima no estado como sinterizado é atingida com cerca de 0,8% em peso de carbono combinado; maiores teores levam à formação de cementita nos contornos de grão, fragilizando o material e diminuindo a resistência mecânica (Lenel, 1980; Goto *et al.*, 1987). A contração dimensional durante a sinterização também cresce com o aumento do teor de C, efeito que tem sido atribuído ao aumento do coeficiente de autodifusão do ferro na austenita, promovido pelo carbono (Lawcock & Davies, 1990; Arnhold *et al.*, 1994; Takata & Kawai, 1995).

#### 2.1.4.3 - Efeito do Cobre

Após o carbono, o *cobre* é o elemento de liga mais comum em aços sinterizados, causando um incremento significativo na resistência mecânica – devido em parte a efeitos de endurecimento por solução sólida e por precipitação – embora com redução da ductilidade – tal como o carbono, mas com menor intensidade (Cambronero *et al.*, 1990). Adições de até 2% de cobre elevam substancialmente a resistência à fadiga (Beiss, 1987); a resistência estática máxima é atingida com teores de cobre da ordem de 5% em peso (Haynes, 1989). A sinterização de ligas Fe-Cu a partir de pós elementares envolve fase líquida transiente nas temperaturas usuais de operação e causa dilatação do compactado, a qual pode ser utilizada para contrabalançar a tendência à contração devida a outros elementos de liga, como o níquel e o fósforo (Cambronero *et al.*, 1990; Wanibe *et al.*, 1990; Bernardini, 1992).

A adição de carbono às ligas Fe-Cu eleva ainda mais a resistência mecânica e a dureza das mesmas, colocando-as entre os materiais mais resistentes no estado simplesmente sinterizado. Ademais, o carbono ameniza a expansão durante a sinterização por se difundir mais rapidamente que o cobre, diminuindo a taxa de dissolução deste no ferro e, principalmente, por diminuir a molhabilidade do ferro pela fase líquida rica em cobre – inibindo a penetração e separação dos contornos de partículas de ferro, e de grãos dentro dessas partículas, pela fase líquida – e também

por inibir a difusão do cobre através dos contornos de grão do ferro sólido (Lawcock & Davies, 1990; Cambroner *et al.*, 1990; Wanibe *et al.*, 1990).

Por outro lado o cobre não é formador de nitretos e carbonetos, sendo desfavorável nos processos de nitretação e carbonitretação (Molinari *et al.*, 1990; Bocchini *et al.*, 1990).

#### 2.1.4.4 - Efeito do Fósforo

O *fósforo* é outro elemento de liga de uso freqüente, em teores de 0,3 a 0,6% em peso, adicionado ao pó de ferro na forma de um pó fino de liga-mestra ferrofósforo (Lenel, 1980; Haynes, 1989; Cambroner *et al.*, 1990; Thümmeler & Oberacker, 1993). Forma eutéticos Fe-P e Fe-P-C com relativamente baixo ponto de fusão, os quais produzem durante a sinterização uma fase líquida que se distribui por capilaridade e auxilia a difusão do fósforo no ferro, promovendo também a esferoidização dos poros (Miura & Tokunaga, 1985). A maior parte da difusão se dá na fase ferrítica, estabilizada pelo fósforo, sendo muito mais rápida que na fase austenítica e levando a uma alta taxa de sinterização. Além disto, o fósforo apresenta um forte efeito de endurecimento por solução sólida substitucional na ferrita. Assim, resulta uma boa combinação de resistência e ductilidade, além da vantagem do custo relativamente baixo do ferrofósforo.

As desvantagens principais da adição de fósforo são:

- a forte contração dimensional, que pode, contudo, ser compensada por adições de pó de cobre ou de grafita (Cambroner *et al.*, 1990);
- a notável fragilização após tratamentos térmicos ou termoquímicos (inclusive nitretação por plasma), atribuída à segregação de fósforo nos contornos de grão, e que torna a maior parte das ligas sinterizadas Fe-P impróprias para uso em tais condições (Molinari *et al.*, 1992; 1994).

#### 2.1.4.5 - Efeito do Níquel

Para ligas contendo carbono, especialmente as usadas no estado termotratado, o *níquel* é um elemento de emprego bem estabelecido, melhorando as resistências estática e à fadiga, bem como a temperabilidade e, em teores de até 2 a 3%, também a ductilidade e a tenacidade (Goto *et al.*, 1987; Engdahl *et al.*, 1990). Contudo, apresenta dificuldades de homogeneização durante a sinterização, pois difunde-se muito lentamente no ferro e, não sendo um metal formador de carbonetos, não favorece a resistência ao amolecimento pelo calor. Também não é formador de nitretos, e atua desfavoravelmente nos processos de nitretação (Rosso *et al.*, 1990; Bocchini *et al.*, 1990). Causa uma contração volumétrica durante a sinterização, a qual é freqüentemente compensada por adições de cobre (Haynes, 1989). Seus efeitos de endurecimento são basicamente aditivos aos do cobre, e a adição conjunta de ambos os elementos é mais efetiva para melhorar a resistência à fadiga (Beiss, 1987).

#### 2.1.4.6 - Efeito do Molibdênio

Dentre os elementos formadores de carbonetos, o mais usado em aços sinterizados de alta resistência é o *molibdênio*, que é pouco sensível à oxidação e pode ser facilmente obtido como um pó puro fino. Sua adição confere ao aço boas combinações de resistência e ductilidade tanto no estado meramente sinterizado como no termotratado, mesmo em teores relativamente baixos, e favorece a temperabilidade (Danninger, 1988, 1992; Lindqvist, 1990; Furukimi *et al.*, 1991).

Nos aços fabricados a partir de pós elementares com adição de carbono, a sinterização é favorecida por uma fase líquida transiente que se forma em temperaturas acima de 1200°C, dependendo do teor de carbono (Danninger, 1988). Adicionado em conjunto com o níquel, seus efeitos de favorecimento da resistência e da temperabilidade são consideravelmente intensificados, permitindo a obtenção de resistências estáticas consideradas ultra-altas, da ordem de 1900 MPa, com densidade de 7,4 g/cm<sup>3</sup> no estado temperado e revenido (Furukimi *et al.*, 1991).

O molibdênio apresenta notável afinidade pelo nitrogênio e forma nitretos estáveis de considerável dureza, sendo capaz de melhorar as características de resistência superficial produzidas pelos tratamentos de nitretação (Pradelli *et al.*, 1992; Molinari *et al.*, 1993). Têm encontrado ampla aplicação pós pré-ligados com até 1,5% em peso de Mo, desenvolvidos, a princípio, especificamente para aplicações em que são necessários tratamentos termoquímicos (Lindqvist, 1990; Danninger *et al.*, 1996). Tais pós apresentam boa compressibilidade, em razão do efeito moderado de endurecimento por solução sólida do molibdênio no ferro, e podem ser sinterizados nas mesmas condições que o ferro puro. Com adições de até 0,6% C exibem alterações dimensionais pequenas durante a sinterização, atingindo resistência estática de até 600 MPa no estado simplesmente sinterizado, além de apresentar alta temperabilidade e excelente resposta aos tratamentos de nitretação por plasma; e podem ser misturados ou coligados por difusão com Ni, Cu ou ferroligas contendo P, Cr ou Mn, para fornecer aços com muito boas propriedades mecânicas (James, 1991; James & Causton, 1992; Narasimhan & Tengzelius, 1992).

### 2.1.5 - Tratamentos Térmicos

A maioria dos elementos de liga torna a matriz ferrosa suscetível a tratamentos térmicos. As ligas contendo cobre podem ser endurecidas por um tratamento de solubilização, têmpera e revenido, e as que contêm carbono podem ser temperadas e revenidas, resultando em apreciável aumento de resistência, conquanto sempre acompanhado por um significativo decréscimo de ductilidade e tenacidade (Haynes, 1989).

De um modo geral, os aços sinterizados podem ser submetidos aos mesmos tratamentos térmicos que os aços convencionais, embora com algumas limitações de ordem prática. Por exemplo, o uso de tratamentos em meios líquidos, como banhos de sal, é desvantajoso devido à probabilidade de impregnação dos poros, acarretando posterior exsudação dos resíduos e, possivelmente, corrosão. Também a remoção de óleos utilizados para a têmpera pode constituir um problema incômodo. A porosidade reduz a condutividade térmica dos aços sinterizados em comparação com seus congêneres convencionais, de modo que a sua temperabilidade é correspondentemente menor e, nos tratamentos de endurecimento superficial é mais difícil o controle da espessura da camada obtida, sendo por isto necessárias, em tais casos, densidades acima de 7,0 g/cm<sup>3</sup> (Goto *et al.*, 1987; Bell, 1991a; Bocchini, 1993).

Um fator de grande influência na resposta aos tratamentos térmicos é a homogeneidade da liga. Os aços provenientes de pós integralmente pré-ligados exibem microestruturas bastante homogêneas tanto no estado meramente sinterizado como no temperado e revenido, conquanto – sendo sua temperabilidade apreciavelmente menor que a dos aços convencionais, por causa da porosidade – possam exigir teores relativamente elevados de elementos de liga para garantir uma microestrutura adequada após tratamento térmico em peças grandes (Haynes, 1989). A homogeneidade da composição é importante nos tratamentos de endurecimento superficial, para garantir uma camada tratada mais uniforme (Engström *et al.*, 1992).

Os aços fabricados a partir de pós elementares, parcialmente pré-ligados ou revestidos, conforme já se mencionou, apresentam-se química e estruturalmente muito heterogêneos após tempos comerciais de sinterização, já que os elementos de liga metálicos só se difundem lentamente nas partículas de ferro. Mesmo após tempos superiores a 100 horas a 1150°C a homogeneização não é completa (Haynes, 1989). Por isto, durante o resfriamento formam-se microestruturas muito complexas. No caso de tratamentos de endurecimento superficial, tais estruturas heterogêneas podem dar origem a regiões de mais baixa dureza, que nem sempre são aceitáveis (Lindqvist, 1990; Engström *et al.*, 1992). Com tempos crescentes de sinterização prossegue a homogeneização, de modo que as composições das diferentes regiões do material alteram-se gradativamente, mudando também sua resposta aos tratamentos térmicos (Rosa *et al.*, 1987).

Por outro lado, é interessante observar que, em muitos casos – no estado sinterizado e, frequentemente, também após têmpera e revenido – tanto a resistência estática como a resistência à fadiga e, por vezes, a ductilidade de tais aços heterogêneos se mostram superiores às de seus similares pré-ligados (Haynes, 1989; Engdahl *et al.*, 1990; Engström *et al.*, 1992; Sonsino & Schlieper, 1992). Tal comportamento é atribuído à presença de regiões apresentando maior tenacidade ou resistência locais, contribuindo para retardar a propagação de trincas no material, seja sob carregamento cíclico (elevando a resistência à fadiga) ou monotônico.

Assim, é possível, pelo emprego de tratamentos de sinterização convenientemente projetados, obter determinados padrões de distribuição de elementos de liga que, após tratamentos térmicos adequados, produzam microestruturas possuindo combinações desejadas de propriedades mecânicas – o que constitui um peculiar método de controle de materiais sinterizados (Haynes, 1989; Miura *et al.*, 1996).

Aços com boa temperabilidade, como diversos à base de pós pré-ligados ao molibdênio, podem formar martensita em suas microestruturas por meio de um resfriamento rápido logo após a sinterização, processo conhecido como *sinter-têmpera* (*sinter-hardening*). Normalmente isso é feito na zona de resfriamento do próprio forno de sinterização, que é dotado de um sistema de resfriamento especial, geralmente convectivo. Dependendo da composição e da massa da peça, taxas de resfriamento de 1 a 8°C/s entre 800 e 200°C podem ser necessárias. Em seguida é executado um revenimento, para aliviar tensões e aumentar a tenacidade, tal como nos tratamentos comuns de têmpera; as propriedades resultantes são comparáveis (Lindberg *et al.*, 1992; James, 1994). Assim, onde o material e o projeto das peças o permitem, a sinter-têmpera oferece uma redução significativa nos custos do processo em comparação com rotas alternativas (Causton, 1996).



## 2.2 - PROPRIEDADES MECÂNICAS DOS AÇOS SINTERIZADOS

### 2.2.1 - Aspectos Gerais

As propriedades mecânicas, bem como quase todas as demais propriedades dos materiais estruturais sinterizados, são decisivamente influenciadas pela presença dos poros. A porosidade reduz a secção resistente efetiva, aumentando o valor médio da tensão transferida através dos ligamentos materiais entre os poros. A densidade relativa (ou, correspondentemente, a porosidade total) é portanto um parâmetro fundamental dos aços sinterizados.

O decréscimo da densidade leva à diminuição, com diferentes taxas, de propriedades como módulo elástico, resistência mecânica estática, ductilidade, tenacidade e resistência à fadiga (Hamiuddin, 1986; Bocchini, 1986). Em geral, reportam-se valores similares de diversas propriedades mecânicas para o mesmo nível de densidade no estado sinterizado, independentemente de ter sido obtido por simples compactação e sinterização, ou por recompactação e ressinterização em seguida a uma primeira sinterização (Lenel, 1980; O'Brien, 1990). Por outro lado, pequenos incrementos de densidade podem resultar em melhoras significativas de propriedades mecânicas em materiais de alta densidade (Haynes, 1989; Thümmeler & Oberacker, 1993; Mashl & Smith, 1994).

A geometria dos poros também influi sobre as propriedades mecânicas: para o mesmo nível de densidade, poros com formas irregulares são mais prejudiciais do que poros esféricos, e maior tamanho médio de poro leva a maiores decréscimos de propriedades mecânicas (Thümmeler & Oberacker, 1993; Sotelo, 1993). Tais efeitos resultam da concentração de tensões e localização das deformações junto aos poros, que atuam assim como entalhes internos.

Enquanto o tamanho dos poros é função sobretudo do tamanho de partícula do pó inicial (o qual também determina a distância média entre os poros individuais) e da pressão de compactação, a forma dos poros depende primariamente da temperatura e do tempo de sinterização, maiores tempos e temperaturas (ou seja, maior *intensidade de sinterização*) ocasionando um arredondamento progressivo dos poros (Danninger *et al.*, 1993, Part I).

Deve-se notar que a vasta maioria dos produtos sinterizados em ferro e aço é obtida a partir da mistura de pós comerciais, apresentando uma faixa de distribuição de tamanhos considerável, decorrente do seu processo de obtenção, e que é comumente desejável, uma vez que favorece a escoabilidade do pó, e a estabilidade dimensional durante a sinterização (Mocarski & Hall, 1990). Em consequência, os poros se apresentam com tamanho bastante diversificado e heterogeneamente distribuídos. Fatores como a maior efetividade da pressão de compactação nas regiões do compactado adjacentes aos punções, a segregação de partículas de diferentes tamanhos, e um preenchimento não uniforme da matriz de compactação, também contribuem para a distribuição heterogênea da porosidade no produto final (Danninger *et al.*, *ibid.*).

Os poros podem ser *interligados* ou *isolados*. Comumente, são considerados como equivalentes a poros *abertos* (ou seja, que intersectam a superfície livre da peça metálica) ou *fechados*, respectivamente. A rigor isto não é necessariamente verdadeiro, já que poderia haver ilhas de poros interconectados no interior de um espécime, sem abertura para o exterior, e que deveriam então ser chamados de poros “fechados”. Na prática, porém, não parece haver grandes problemas em assumir tal equivalência (Danninger *et al.*, 1990).

Com níveis baixos de porosidade todos os poros são fechados. Entre cerca de 3 e 6% de porosidade total começam a aparecer poros abertos; para maiores níveis a porosidade fechada diminui progressivamente e, acima de 13 a 14% de porosidade total, os poros são quase totalmente interligados (Danninger *et al.*, *ibid.*).

No caso de uma porosidade inteiramente interconectada, existe a rigor um único “poro”, na forma de uma rede tridimensional complexa de múltiplos canais; o tamanho médio de poro é representado pelo diâmetro médio dos canais. Pode-se então considerar que o material consiste de duas “fases” contínuas – a metálica e aquela constituída pelos poros. No caso de uma porosidade totalmente isolada, os poros estão presentes como uma fase dispersa em uma matriz sólida. Estes dois tipos diferentes de estrutura exercem efeitos diferentes sobre as propriedades mecânicas.

Com as propriedades monotônicas, o efeito da conectividade e da forma dos poros cresce da resistência à tração e limite de escoamento para o alongamento na fratura e a tenacidade ao impacto. Para estas duas últimas propriedades, no caso de porosidade fechada observa-se uma grande influência tanto da porosidade total quanto da geometria dos poros, enquanto no caso de porosidade interconectada essa influência é muito menor. Também o módulo elástico, a resistência à fadiga e a intensidade de tensão liminar para o crescimento de trinca mostram uma variação considerável com a transição de poros isolados para interligados (Ledoux & Prioul, 1988; Danninger *et al.*, *ibid.*).

De um modo geral, pode-se dizer que em baixas densidades a porosidade total é o fator dominante, mas em altas densidades detalhes de tamanho, forma e distribuição dos poros, bem como a microestrutura da matriz metálica, tornam-se progressivamente mais importantes para as propriedades mecânicas.

Parece portanto não existir uma função de correlação geralmente aplicável entre propriedades mecânicas e parâmetros microestruturais ou de fabricação. As várias relações teóricas que constam na literatura entre propriedades mecânicas e porosidade total são válidas para sistemas particulares sob parâmetros constantes de pós, compactação e sinterização (Hamiuddin, 1986; Danninger *et al.*, 1993, Part II).

Esper e colaboradores (1981) e Sonsino (1990) observam que propriedades determinadas em ensaios monotônicos não fornecem informação suficiente para se prever o comportamento de componentes sinterizados sob condições de carregamento dinâmico, sendo para isto necessária a determinação de características como o limite de escoamento cíclico, a taxa de propagação de trincas e as curvas de Wöhler (tensão versus número de ciclos de vida em fadiga).

## 2.2.2 - Propriedades Monotônicas

### 2.2.2.1 - Módulo Elástico

Segundo Danninger e colaboradores (1990), o *módulo elástico* (E) do ferro sinterizado decresce de modo quase linear com o aumento da porosidade total (P) até cerca de 12%, com pouca influência dos parâmetros de sinterização. Para maiores porosidades a variação ainda pode ser considerada linear, mas com menor taxa. Os autores advertem que, caso se queira determinar o módulo elástico estático em ensaios de tração, não se deve permitir deformação plástica localizada.

Bocchini (1986) reporta a relação abaixo como válida para  $P < 0,5$  (onde  $E_0$  se refere ao material isento de poros:  $\approx 206$  GPa para aços de baixa liga):

$$E = E_0 (1 - P)^{3,4}$$

### 2.2.2.2 - Resistência à Tração

O *limite de resistência à tração* diminui com o aumento da porosidade total ( $P$ ), porém de modo não linear, com taxas maiores que  $(1 - P)$ , o que está relacionado ao efeito concentrador de tensões dos poros. Salak e colaboradores (1974) e Bocchini (1986) propõem relações do tipo

$$S_r = S_{r0} \cdot \exp(-kP)$$

onde  $S_{r0}$  é a resistência à tração do material isento de poros e  $k$  é uma constante que depende do material e das condições de fabricação (para o ferro,  $k \approx 4,3$ ). Segundo Danninger *et al.* (1997), esta relação condiz bem com os resultados experimentais para o ferro até pelo menos  $P = 12\%$ .

Ainda segundo Danninger e colaboradores (1993, Part II; 1997), a secção resistente efetiva mínima ( $A_e$ ) formada pelos ligamentos sinterizados é menor do que a secção calculada a partir de  $P$ , e  $S_r$  é diretamente proporcional a  $A_e$  (cf. também Hamiuddin, 1986).

### 2.2.2.3 - Limite de Escoamento

Visto que as concentrações locais de tensão nos ligamentos junto aos poros levam ao escoamento plástico local antes do escoamento macroscópico, a forma dos poros deve exercer um efeito maior sobre o *limite de escoamento* do que sobre a resistência à tração. Ao ser atingido localmente o limite de escoamento do metal-base, as concentrações nos *necks* são máximas; um aumento ulterior da carga leva ao escoamento plástico através do interior dos *necks*, de modo que a distribuição de tensões se torna mais homogênea, situação que perdura até ser atingido o limite de resistência. Assim, o limite de escoamento exibe uma variação quase linear com a densidade, mas é mais sensível que  $S_r$  aos parâmetros de sinterização (Danninger *et al.*, 1990; 1993, Part I).

Kubicki (1995) determinou distribuições estatísticas do fator de concentração de tensão em poros de três ligas ferrosas de composição comercial, sinterizadas a  $1150^\circ\text{C}$  durante 90 minutos. Constatou que os poros tinham forma irregular, mas a sinterização havia ocasionado algum arredondamento e não havia poros agudos, com características de trincas. Os fatores de concentração de tensão atingiam no máximo o valor 12, com mais de 80% dos poros exibindo valores inferiores a 5. As médias e desvios-padrões das distribuições variaram pouco com a composição ou a pressão de compactação. Kubicki conclui que, com tensões inferiores a 8,3% do limite de escoamento do material isento de poros ( $S_y$ ) o comportamento do sinterizado deve ser completamente elástico, sem qualquer plastificação ou decoesão local; todos os processos que requeiram participação em massa dos poros começarão com tensões na faixa de 20 a 33% de  $S_y$ , e acima deste valor ocorrerá deformação plástica generalizada no sinterizado.

### 2.2.2.4 - Ductilidade

A *ductilidade* macroscópica dos materiais ferrosos sinterizados, particularmente o *alongamento na fratura* em tração uniaxial (*elongação*), fica drasticamente reduzida em comparação com os materiais de composição similar livres de poros, já com uma pequena percentagem de porosidade. Isto, porém, não significa falta de ductilidade ao nível microscópico (Bocchini, 1986; Hamiuddin, 1986).

Em primeiro lugar, é interessante observar que esta propriedade exibe dois tipos diferentes de comportamento em função do nível de porosidade. Nos materiais de mais alta densidade a

elongação é muito mais sensível a variações na porosidade ou na intensidade de sinterização, enquanto que nos materiais de baixa densidade a elongação é pequena mas também muito menos dependente da densidade ou dos parâmetros de sinterização. A transição entre os dois tipos de comportamento ocorre na faixa de 10 a 12% de porosidade, que corresponde também à transição entre porosidade fechada e aberta (Danninger *et al.*, 1990). Assim, é possível interpretar-se a ductilidade dos materiais porosos com base no provável comportamento plástico microscópico condicionado pelos diferentes tipos de porosidade.

Um material de alta densidade, contendo poros isolados, irá deformar-se de modo comparável a um material maciço contendo inclusões (*ibid.*). A elongação depende diretamente do volume deformado, e este por sua vez depende da geometria dos poros. Com poros angulosos a deformação fica concentrada junto às extremidades mais agudas dos mesmos, enquanto que com poros arredondados deformam-se regiões mais extensas do material entre os poros, tanto mais extensas quanto menores os poros e maior a distância entre eles – ou seja, quanto maior a densidade global. Isto esclarece a forte correlação, observada nestes materiais, entre a ductilidade, por um lado, e tanto a densidade como a intensidade (temperatura e tempo, principalmente) de sinterização, pelo outro.

Em um material de menor densidade, com poros interligados, cada ligamento sinterizado (*neck*) entre partículas pode ser comparado a um pequeno corpo de prova de tração; a deformação plástica fica altamente localizada nesses ligamentos, onde o volume deformado depende da relação entre o diâmetro do ligamento e o diâmetro das partículas que ele une. Assim, os ligamentos podem sofrer ruptura dúctil, com grande microdeformação plástica – o que pode ser constatado pelo exame da superfície de fratura através de microscopia eletrônica de varredura, por exemplo – mas a deformação macroscópica é pequena (Bocchini, 1986; Straffelini *et al.*, 1992). O comportamento do material como um todo torna-se qualitativamente análogo ao de um cabo formado por numerosas fibras individuais: o alongamento até a fratura de um tal cabo é muito menor do que o de uma barra de mesma área de secção transversal, embora cada fibra individual possa ter sofrido estrição até se reduzir a um ponto. Pode-se dizer então que, neste caso, o tamanho e a geometria dos *necks*, e os ligamentos sólidos como um todo, é que são determinantes para a ductilidade (Danninger *et al.*, 1990; 1997).

Straffelini e colaboradores (1996a; 1996b) propõem o conceito de *coeficiente* (ou *fator de colaboração*) – definido como a razão entre a resistência à ruptura transversal e a resistência à tração uniaxial – como um critério de ductilidade para os aços sinterizados que permite uma comparação com os aços convencionais. Tal parâmetro seria igual a 1 para um material de ductilidade nula, e tanto maior do que a unidade quanto maior a ductilidade do material. Investigando aços sinterizados com diferentes composições e microestruturas, eles encontraram valores do fator de colaboração na mesma faixa dos valores para aços convencionais conformados, e superiores aos de ferros fundidos com o mesmo nível de resistência à tração.

#### 2.2.2.5 - Alteração Volumétrica e Assimetria nos Comportamentos Trativo e Compressivo

Palma (1995) reporta que a deformação plástica dos aços sinterizados envolve uma variação de volume, positiva sob tração e negativa sob compressão, e que aumenta com o grau de deformação imposto e com a porosidade inicial. Para um mesmo valor de deformação permanente, o aumento de volume sob tração é maior do que a contração volumétrica sob compressão. A mudança de volume se deve à variação do tamanho e da forma dos poros e à formação de microtrincas, fatores estes dependentes do grau de deformação imposto e do estado de tensões vigente.

A par disto relata-se uma clara assimetria entre o comportamento trativo e o compressivo, sendo o módulo elástico, o limite de escoamento e a taxa de encruamento maiores sob compressão do que sob tração (Palma, 1995; Straffelini *et al.*, 1996a). Palma (*op. cit.*) observou em aços sinterizados um *efeito Bauschinger* – ou seja, uma sensibilidade das propriedades mecânicas ao sentido e ao valor da deformação plástica prévia – muito mais acentuado que em materiais similares de porosidade nula, e associou este fato à variação volumétrica durante a deformação.

#### 2.2.2.6 - Tenacidade ao Impacto

A *tenacidade ao impacto* dos aços sinterizados é extremamente sensível a pequenas quantidades de poros (Danninger *et al.*, 1993, Part I). Aqui a diferença entre materiais de baixa porosidade, contendo poros fechados, e materiais altamente porosos, com poros abertos, é ainda mais nítida do que com a ductilidade. No primeiro caso pode-se observar uma acentuada dependência da tenacidade com respeito à densidade e à intensidade de sinterização, enquanto que as amostras altamente porosas são pouco afetadas pelos parâmetros de fabricação.

Poros isolados aparentemente enfraquecem o material tanto mais quanto maiores, mais numerosos e mais angulosos forem; assim, a redução do seu tamanho (pelo aumento da densidade) e a sua esferoidização (pela intensificação da sinterização) melhoram a tenacidade ao impacto, aproximando-a da correspondente ao material maciço. Por contraste, em materiais contendo poros interconectados a fratura pode ocorrer individualmente para cada “fibra”, onde a deformação é altamente localizada e o volume deformado é pequeno em cada uma, já que a deformação não pode se propagar facilmente de uma fibra para outra – só através dos ligamentos transversais – enquanto que os *necks* individuais oferecem locais onde a fratura pode ocorrer sem grande consumo de energia. Aumentando-se a densidade dentro desta faixa, ou a intensidade de sinterização, consegue-se apenas aumentar o diâmetro dos *necks* dentro de cada fibra, o que contudo não melhora muito a energia absorvida na fratura por impacto, na medida em que as fibras ainda se rompem individualmente (Danninger *et al.*, 1990).

Com exceção dos materiais de mais alta densidade, e de ligas binárias Fe-P (O’ Brien, 1990) a maioria dos aços sinterizados de baixa liga apresenta uma variação bastante suave da tenacidade ao impacto com a temperatura de ensaio; em temperaturas pouco acima da ambiente ou abaixo da mesma (Mocarski & Hall, 1990; Danninger *et al.*, 1993, Part I).

#### 2.2.2.7 - Tenacidade à Fratura

A *tenacidade à fratura*  $K_{Ic}$  (ou o valor “preliminar”  $K_Q$ , de acordo com a norma ASTM E 399 [1991]) naturalmente também diminui com porosidade crescente. Por outro lado, reporta-se que ela cresce com o aumento do limite de escoamento, ao contrário do que ocorre com os aços convencionais, não porosos (Danninger *et al.*, 1993, Part I; Wang & Prucher, 1994; Chen *et al.*, 1994). Danninger e colaboradores (*ibid.*) observam que o processo de fratura poderia ser descrito como uma estricção entre a ponta da trinca e vazios adjacentes; isto significa que deveria haver uma diferença na variação de  $K_{Ic}$  com a densidade entre materiais com poros interligados e com poros isolados, mas não é relatada evidência experimental para tal fato. Wang & Prucher (*op. cit.*) relatam que o valor medido da tenacidade à fratura praticamente não se altera com o aumento da espessura do corpo de prova (fato também observado por Palma, 1995) e associam este fato, bem

como o aumento da tenacidade com o limite de escoamento, à plastificação localizada e aos micromecanismos de ruptura dúctil nos *necks* junto à ponta da trinca gerada durante o ensaio.

#### 2.2.2.8 - Dureza

A dureza determinada macroscopicamente nos aços sinterizados é função da sua densidade, composição química e microestrutura. Em vista da porosidade residual, o valor medido é chamado de *dureza aparente* e diminui com o aumento da porosidade, sendo sempre inferior ao dos materiais congêneres isentos de poros (Bocchini, 1986).

Para medir a dureza aparente na condição meramente sinterizada prefere-se o método Brinell; na condição termotratada, o método Vickers ou o Rockwell (Bocchini, 1986; Esper & Sonsino, 1994).

Deve-se levar em conta que o resultado depende da carga empregada no ensaio, pois já que a indentação atinge tanto partículas sólidas como poros, a influência destes diminui com menores cargas de ensaio (Thümmeler & Oberacker, 1993), ao mesmo tempo que aumenta a dispersão dos resultados, como efeito da incidência estatisticamente menos uniforme de poros de diferentes dimensões na zona plastificada (Bocchini, 1986).

Para se determinar a dureza “real” do material, independente da porosidade, é preciso recorrer a ensaios de microdureza (Vickers ou Knoop). Ainda assim, a porosidade atua no sentido de favorecer uma dispersão considerável dos resultados (Bocchini, 1986; Esper & Sonsino, 1994).

Esper e Sonsino (1994) observam que, embora a dureza aparente dos aços sinterizados seja menor que a dos seus congêneres maciços, sua resistência ao desgaste é similar, porque o comportamento ao desgaste das fases metálicas é praticamente o mesmo.

#### 2.2.3 - Comportamento à Fadiga

##### 2.2.3.1 - Aspectos Gerais

Do ponto de vista das aplicações é interessante distinguir-se faixas de níveis de carregamento, com o conseqüente número máximo de ciclos ( $N_f$ ) que o material ou componente pode suportar (Fuchs & Stephens, 1980; Sonsino, 1990). As situações em que as tensões nominais atuantes são próximas ao limite de escoamento macroscópico do material e, portanto,  $N_f$  é relativamente pequeno (geralmente  $N_f < 5 \times 10^4$ ) são classificadas como *fadiga oligocíclica* (ou seja, de baixo número de ciclos); nos locais onde há concentração de tensões (p.ex., junto a poros) a parte plástica da deformação local predomina sobre a fração elástica, e o comportamento do material é usualmente caracterizado através de ensaios de deformação controlada com amplitude constante. Quando os níveis de tensão são consideravelmente inferiores ao limite de escoamento, de modo que a parte elástica das deformações locais predomina sobre a fração plástica, e tem-se  $5 \times 10^4 < N_f < 10^6$  ciclos, fala-se em *fadiga mesocíclica*; o comportamento do material é determinado comumente por ensaios de carga controlada com amplitude constante, sendo descrito pela parte descendente da *curva de Wöhler* (ou curva S-N, tensão máxima versus  $N_f$ ). Finalmente, a *fadiga policíclica* ( $N_f > 10^6$ ) caracteriza-se por deformações locais pequenas e predominantemente elásticas, mesmo nos pontos de maior concentração; o curso da curva S-N tende a se tornar horizontal entre  $10^6$  e  $10^7$  ciclos, no nível de tensão conhecido como *limite de*

*fadiga* ou de durabilidade,  $S_f$ . Na prática este limite é definido como a tensão máxima suportável (resistência à fadiga) para um número de ciclos especificado, usualmente  $2 \times 10^6$  a  $10^7$ .

A vasta maioria das ligas ferrosas sinterizadas exhibe limites de fadiga bem definidos. As curvas de Wöhler (S-N) apresentam formas similares às dos materiais sem poros, embora diminuindo com o aumento da porosidade (Hamiuddin, 1986; Sonsino, 1990; Danninger *et al.*, 1993, Part II).

Em contraste com propriedades como a tenacidade ao impacto e as medidas tradicionais de ductilidade, que na prática são adequadas apenas para comparar aços sinterizados entre si, a resistência à fadiga desses aços é diretamente comparável com a dos aços convencionais – do mesmo modo que o são seus limites de resistência à tração – e tem aplicabilidade direta no projeto de componentes estruturais (O'Brien, 1990; Esper & Sonsino, 1994).

No campo de aplicações dos aços sinterizados predominam as que envolvem fadiga policíclica (Sonsino, 1990). Contudo, para uma caracterização básica do comportamento destes materiais e uma avaliação preliminar do seu desempenho quando submetidos a sobrecargas, carregamentos de amplitude variável, etc., é indicado o levantamento de curvas S-N abrangendo as regiões de médio e alto número de ciclos.

### 2.2.3.2 - Efeitos dos Poros

Em primeira instância, a porosidade total é o parâmetro mais influente no comportamento à fadiga. O efeito primário dos poros é facilitar a iniciação da trinca de fadiga através da concentração local de tensões. De um modo geral, o sítio de nucleação da trinca principal tende a ser o maior poro, e a propagação da trinca ocorre pela ruptura progressiva dos *necks* individuais (Danninger *et al.*, 1993, Part II). Poros mais finos fornecem portanto maior resistência à fadiga para a mesma densidade (Christian *et al.*, 1987; Lindqvist, 1992).

Christian e German (1995) constataram que poros mais lisos e com menor distância de separação aumentam a vida em fadiga de ligas Fe-2%Cu-0,8%C. Por outro lado, em uma extensa investigação sobre aços sinterizados com diferentes composições e densidades, Rutz e colaboradores (1996) encontraram uma correlação positiva entre limite de fadiga e espaçamento entre poros, o que foi confirmado por Cimino *et al.* (1997) em ligas de composição Fe-2%Cu-0,5%C. Todas as investigações, contudo, concordam em que a densidade total é o fator mais importante para o comportamento à fadiga.

Danninger *et al.* (1990; 1993, Part I) reportam uma influência do tipo de porosidade (aberta ou fechada). Os materiais de mais alta densidade, com poros isolados, são mais sensíveis a variações na quantidade e na geometria dos poros, e neles em muitos casos a trinca de fadiga se inicia junto a um poro interior. Em espécimes com mais de 10% de porosidade a trinca caracteristicamente se inicia na superfície ou próximo a ela, na maioria dos casos em regiões contendo agregados de poros interligados.

Segundo Beiss (1987), dentro da faixa tecnicamente relevante de temperaturas de sinterização entre 1120 e 1280°C não se devem esperar ganhos espetaculares de resistência à fadiga pelo emprego de temperaturas mais altas, embora se observe um efeito sistemático decorrente do maior arredondamento dos poros e da distribuição mais homogênea de elementos de liga. Contudo, maior temperatura de sinterização não resulta necessariamente em benefício para as propriedades de fadiga; podem ocorrer aumentos nocivos dos poros e do tamanho de grão e, especialmente em aços contendo níquel, podem se perder as heterogeneidades de composição e microestrutura responsáveis pela maior resistência à propagação de trincas (Lindqvist, 1992; Rutz *et al.*, 1996; Cimino *et al.*, 1997).

Ledoux e Prioul (1988) compararam a resistência à fadiga em flexão plana e em tração-compressão, em espécimes feitos a partir de pó de ferro-esponja (obtido por redução de minério) e de pó de ferro atomizado a água. O ferro-esponja apresentou melhor desempenho, que foi atribuído ao menor tamanho dos seus poros. Em flexão plana os autores encontraram uma mesma relação linear, para os dois materiais, entre o limite de fadiga e o inverso da raiz quadrada do parâmetro de rugosidade superficial  $R_t$  (provavelmente o mesmo parâmetro  $R_y$ , altura máxima do perfil de rugosidade segundo a norma DIN 4287/94), o qual representaria uma medida dos maiores poros que emergem na superfície e constituiria, portanto, o fator decisivo neste tipo de solicitação. Um tipo de relação similar foi reportado por Beiss e Dalgiç (1996) em um aço sinterizado. Para o limite de fadiga axial, Ledoux e Prioul encontraram uma correlação linear única (negativa) somente com a porosidade aberta.

### **2.2.3.3 - Relação entre a Resistência à Fadiga e Propriedades Monotônicas**

Em primeira instância, é de se esperar que um aumento na resistência estática implique em aumento na resistência à fadiga, tal como ocorre em materiais isentos de poros. Reporta-se que a relação ( $S_f / S_r$ ) entre o limite de fadiga em flexão rotativa, obtido com corpos de prova pequenos e sem entalhe, e o limite de resistência à tração, fica na faixa de 0,3 a 0,5 (média 0,38) para aços sinterizados (Lenel, 1980; Bocchini, 1986). Contudo, diversos fatores, como características microestruturais, a presença de entalhes e o emprego de tratamentos superficiais, podem alterar substancialmente estes valores.

Causton (1996) cita o caso de aços que possuem os poros mais arredondados devido a sinterização com fase líquida, como aqueles ao P e ao Cu-Ni-P, e cujo limite de fadiga pode atingir 45 a 50% de  $S_r$ ; outros aços podem apresentar essa relação inferior a 0,30 (p.ex., valores de 0,19 e 0,27 reportados por O'Brien, 1990); ele conclui que não há uma relação simples entre  $S_f$  e  $S_r$  comum a materiais de microestruturas muito diferentes.

Sonsino (1990) relata que ligas sinterizadas de emprego freqüente como Fe-1,5%Cu, Fe-1,5%Cu-0,6%C, Fe-2,0%Cu-2,5%Ni e Fe-0,4%P, embora apresentando diferenças significativas em propriedades convencionais como limite de escoamento, resistência à tração, elongação e tenacidade ao impacto, possuem propriedades fractomecânicas e de fadiga similares, evidenciando que melhorias em propriedades convencionais através de adições de liga não necessariamente se traduzem em melhores propriedades de fadiga e fratura. Por outro lado, ligas sinterizadas mais complexas como Fe-4,0%Ni-1,5%Cu-0,5%Mo-0,6%C e Fe-0,8%Mn-0,95%Cr-0,24%Mo-0,6%C atingem já com 7,1 g/cm<sup>3</sup> limites de fadiga que aqueles materiais só apresentam com 7,4 g/cm<sup>3</sup>.

De um modo geral, em suma, não há necessariamente correlação direta entre os limites de resistência ou de escoamento estáticos e as propriedades de fadiga, especialmente na condição entalhada (Esper & Sonsino, 1994; Christian & German, 1995).

### **2.2.3.4 - Limite de Escoamento sob Carregamento Cíclico**

Esper e colaboradores (1981; 1982) observaram que aços sinterizados com propriedades estáticas bastante distintas mas com limites de escoamento sob carregamento cíclico próximos exibem comportamento à fadiga similares.

Sonsino *et al.* (1982) afirmam que existe uma relação direta entre esse limite de escoamento cíclico e a resistência à fadiga sob carregamento de amplitude variável. Se durante o serviço de um componente estrutural ocorrerem deformações elasto-plásticas em seções críticas



como consequência de sobrecargas, o comportamento do material dependerá da sua tendência a sofrer endurecimento ou amolecimento cíclico; em outras palavras, de o seu limite de escoamento cíclico ser maior ou menor do que o monotônico. Tanto um como o outro comportamento são apresentados por diferentes aços no estado como-sinterizado. Se o material endurece ao ser solicitado ciclicamente, uma sobrecarga poderá ter o mesmo efeito.

Com base nessa constatação, Esper e Sonsino (1994) recomendam que, para componentes sinterizados sujeitos a sobrecargas freqüentes durante o serviço, sejam selecionados materiais que apresentem endurecimento cíclico.

### 2.2.3.5 - Crescimento de Trincas de Fadiga

Segundo Danninger e colaboradores (1990), a intensidade de tensão liminar para o crescimento de trincas de fadiga ( $\Delta K_{th}$ ) no ferro sinterizado mostra uma dependência característica com o nível de porosidade total. Com baixa porosidade e somente poros isolados, o valor liminar é quase igual ao do material livre de poros. Para níveis de porosidade acima de 8% ocorre um decréscimo significativo desta propriedade, e acima de 20% de porosidade ela aparentemente volta a se estabilizar, embora em um nível muito inferior. Tal comportamento é atribuído ao tipo de porosidade inerente aos diferentes níveis: no caso de poros isolados a trinca se propaga como nos materiais maciços, só ocasionalmente sendo interrompida por um poro; com porosidade interconectada não existe uma frente de trinca propriamente dita, sendo a propagação mais adequadamente descrita como uma série de saltos da trinca de um *neck* para outro.

Outro artigo dos mesmos autores (1993, Part II) reporta uma correlação linear da resistência à fadiga e da intensidade de tensão liminar do ferro sinterizado com a secção resistente efetiva, determinada em superfícies de fraturas obtidas por impacto a 77K ou por fadiga.

Segundo Sonsino (1990), para baixos e médios valores da amplitude do fator de intensidade de tensão,  $\Delta K$  – o que equivale a tensões da ordem do limite de fadiga ou pouco superiores – aços sinterizados comuns (Fe-Cu, Fe-Cu-C, Fe-Cu-Ni, Fe-P) exibem taxas de propagação de trinca iguais ou inferiores (e intensidades liminares  $\Delta K_{th}$  comparáveis) às dos aços estruturais convencionais não termotratados já para densidades de  $6,6 \text{ g/cm}^3$ , iguais às dos ferros fundidos nodulares para densidades em torno de  $7,1 \text{ g/cm}^3$ , e similares às de aços convencionais temperados e revenidos para densidades da ordem de  $7,4 \text{ g/cm}^3$ . Isto é atribuído ao fato de os poros – sobretudo os mais arredondados – retardarem a propagação das trincas que os encontram, por atenuarem a concentração de tensões na ponta das mesmas, já que seu raio de curvatura é maior do que os existentes na ponta das trincas. Tal efeito de retardamento cresce com o aumento da densidade até cerca de  $7,5 \text{ g/cm}^3$ , em virtude da redução do volume dos poros; para maiores densidades o crescimento das trincas volta a se acelerar porque os poros remanescentes já não bastam para exercer o efeito de retardamento ou desvio das trincas.

Para valores de  $\Delta K$  bastante superiores ao limiar  $\Delta K_{th}$  a menor ductilidade e tenacidade dos aços sinterizados em comparação com os convencionais leva a maiores taxas de crescimento de trincas e menores valores críticos de  $\Delta K$  para fratura catastrófica (*ibid.*).

### 2.2.3.6 - Efeito do Modo de Carregamento

Tal como nos metais não porosos, a resistência à fadiga dos sinterizados depende do *modo de carregamento*, sendo maior em flexão do que sob carregamento axial, em virtude das diferenças na distribuição de tensão (Sonsino, 1990). Uma vez que sob flexão se estabelece

intrinsecamente um gradiente de tensão, o volume de material submetido à tensão máxima é menor do que sob um carregamento axial, sendo portanto menor a probabilidade de falha e maior o limite de fadiga.

Esper e Sonsino (1990) reportam, para aços sinterizados de baixa liga, relações  $S_f$  (flexão)/  $S_f$  (carregamento axial) da ordem de 1,6 no estado como-sinterizado, e de 1,73 na condição temperada e revenida. Beiss (1987) refere, para ligas Fe-Cu, Fe-Cu-C e Fe-Cu-Ni, valores médios da relação entre os limites de fadiga em torção e em flexão variando sistematicamente com a densidade: 86% a 6,6 g/cm<sup>3</sup>, 79% a 6,9 g/cm<sup>3</sup> e 72% a 7,3 g/cm<sup>3</sup>.

### 2.2.3.7 - Efeito da Tensão Média

A comparação de curvas de vida em fadiga obtidas com carregamento alternado (tensão média  $S_m = 0$ ; razão de tensões  $R = S_{\min} / S_{\max} = -1$ ) e com carregamento pulsado ( $S_m =$  amplitude de tensão  $S_a > 0$ ;  $R = 0$ ) evidencia que uma tensão média trativa diminui a amplitude de tensão suportável (Sonsino, 1990). Este decréscimo, chamado *sensibilidade à tensão média*, é tanto menor quanto mais dúctil e tenaz o material e vice-versa: por isto, materiais que sofreram tratamentos térmicos endurecedores tais como têmpera e revenido ou carbonitreção, apresentam maior sensibilidade à tensão média (Beiss, 1987). Ele depende também do modo de carregamento, sendo menos acentuado sob flexão (Sonsino, 1990).

Por outro lado, tensões médias compressivas aumentam a amplitude de tensão suportável; este é um dos principais fatores do aumento na resistência à fadiga conseqüente à introdução de tensões residuais compressivas na superfície dos componentes mediante diversos tratamentos pós-sinterização (Sonsino *et al.*, 1985; 1990).

### 2.2.3.8 - Sensibilidade a Entalhes Externos

Segundo diversos autores (cf. Lindqvist, 1992; Esper & Sonsino, 1994), o decréscimo na resistência à fadiga devido à presença de entalhes externos – ou seja, a *sensibilidade a entalhes* – dos aços sinterizados é significativamente menor que o dos aços convencionais, em virtude do efeito de retardamento da propagação da trinca pelos poros. Relata-se que já para entalhes com fator de concentração de tensão ( $K_t$ ) acima de 2,0 a resistência à fadiga de aços sinterizados com densidade igual ou superior a 7,1 g/cm<sup>3</sup> é similar à dos ferros fundidos nodulares e comparável à de aços convencionais laminados ou forjados (Sonsino, 1990). Observa-se também que a sensibilidade ao entalhe é tanto menor quanto menor a densidade (Beiss, 1987) e depende do modo de carregamento, sendo mais notável sob solicitação axial do que flexional (Esper *et al.*, 1981; Buxbaum & Sonsino, 1990; Straffelini *et al.*, 1993).

A presença de entalhes externos faz aumentar também a sensibilidade à tensão média, tanto mais quanto mais severo o entalhe (Sonsino *et al.*, 1982).

O efeito dos entalhes geométricos nos aços sinterizados depende ainda do processo de produção dos entalhes (Esper *et al.*, 1982). Aqueles abertos por usinagem após a sinterização – e.g., fresagem, torneamento, alargamento, furação com broca, etc. – adquirem uma camada superficial densificada e encruada, de modo que o decréscimo que causam na resistência à fadiga pode ser consideravelmente menor do que o provocado por entalhes formados na etapa de compactação da peça, sem qualquer tratamento pós-sinterização.

### 2.2.3.9 - Efeito de Tratamentos Pós-Sinterização

Tratamentos mecânicos, térmicos ou termoquímicos após a sinterização podem ocasionar incrementos notáveis na resistência à fadiga dos aços (Sonsino *et al.*, 1985; Esper & Sonsino, 1994).

Os *tratamentos mecânicos* geralmente atuam pela densificação, encruamento e alisamento da superfície das peças, além de introduzir tensões residuais compressivas (Jones *et al.*, 1997). O aumento do limite de fadiga é tanto maior quanto maior o grau de densificação, e depende da razão entre a espessura da camada superficial densificada e a seção transversal da peça (Esper & Sonsino, 1994).

Uma operação de *calibração (sizing)*, consistindo na compressão do compactado sinterizado com uma ferramenta especial a fim de assegurar as dimensões desejadas – e que pode ser localizada, como p.ex. o alargamento mecânico de um furo em uma região crítica de um componente (Buxbaum & Sonsino, 1990) – pode aumentar o limite de fadiga em até 35% através da densificação da superfície e introdução de tensões residuais compressivas (Sonsino, 1990).

Um efeito semelhante pode ser conseguido por uma *jatopercussão*, ou *jateamento (shot peening)*, com melhoras da ordem de 40% ou mais no limite de fadiga (Sonsino *et al.*, 1985; Tyler, 1990). Chernenkoff e colaboradores (1995) reportam melhoras de 27% no limite de fadiga axial de bielas sinter-forjadas submetidas a jatopercussão com parâmetros otimizados, com a vantagem adicional de uma redução considerável na dispersão dos resultados, resultando em maior confiabilidade das peças, e atribuída ao fato de a fratura por fadiga se iniciar no interior das peças, tornando-as menos sensíveis a imperfeições superficiais.

Uma profundidade ainda maior de densificação é obtida por *laminação superficial (surface rolling)*, podendo produzir efeitos notavelmente maiores do que a calibração ou a jatopercussão (Esper & Sonsino, 1994). Sonsino e colaboradores (1990) reportam um aumento de 2,2 vezes no limite de fadiga, determinado com espécimes entalhados, de duas ligas sinterizadas, Fe-1,5%Cu com 7,15 g/cm<sup>3</sup> e Fe-8%Ni-1,0%Mo-0,5%C com 7,35 g/cm<sup>3</sup>.

*Tratamentos térmicos*, como têmpera e revenido em materiais contendo carbono, e *termoquímicos*, como cementação, nitrocementação, nitretação e carbonitretação, podem servir para elevar não só a resistência à fadiga como também a resistência estática, a dureza superficial e a resistência ao desgaste (Esper & Sonsino, 1990; 1994).

O aumento na resistência à fadiga conseqüente dos tratamentos de endurecimento superficial, como os termoquímicos, mostra-se menor sob solicitação axial do que sob carregamento em flexão (Beiss, 1987). Por isto, quando o componente final vai ficar exposto em serviço principalmente a tensões axiais (p.ex., bielas), tradicionalmente há uma preferência pelos tratamentos que endurecem todo o volume, como têmpera e revenido, ou austêmpera, etc.; o endurecimento superficial é aplicado preferencialmente a componentes expostos a altas tensões de flexão e/ou elevadas pressões superficiais, como engrenagens, etc. (Lindqvist, 1992).

Por outro lado, relata-se que tratamentos de nitrocementação parecem fornecer os melhores resultados dentre todos, o que é atribuído à introdução de fortes tensões residuais compressivas na camada endurecida (Esper & Sonsino, 1990; 1994; Lindqvist, 1992). Segundo Esper e Sonsino (1990) as ligas sinterizadas Fe-1,5%Cu-0,6%C e Fe-0,8%Mn-0,95%Cr-0,24%Mo-0,6%C no estado temperado e revenido, contendo ou não entalhes, não atingem os valores de resistência à fadiga da liga binária Fe-1,5%Cu nitrocementada (tratamento austenítico a gás: cf. Sonsino, 1990), por carecerem de tensões residuais comparáveis, as quais, no caso desta liga nitrocementada, chegam a compensar a sensibilidade ao entalhe. Neste estado a liga Fe-1,5%Cu com densidade 7,1 g/cm<sup>3</sup> iguala a resistência à fadiga de um aço convencional SAE 1017 normalizado e nitretado (Sonsino, 1990).

Enquanto o tratamento de têmpera e revenido eleva notavelmente o limite de fadiga em espécimes não entalhados, na presença de entalhes esta melhoria fica bastante limitada em razão do aumento da sensibilidade a entalhes conseqüente do endurecimento do material (Esper & Sonsino, 1990; 1994). Segundo Buxbaum e Sonsino (1990), se bem na nitrocementação ocorre também um endurecimento, as tensões residuais compressivas introduzidas são tão elevadas que contrabalançam o efeito dos entalhes, e a resistência à fadiga fica então determinada mais por fatores como densidade, estado da superfície, profundidade da camada tratada, dureza e tensões residuais, do que pela composição química do material.

Os tratamentos térmicos em geral também elevam a sensibilidade dos materiais à tensão média trativa, quer na condição entalhada ou livre de entalhes, de modo que a amplitude de tensão suportável fica consideravelmente reduzida pela presença de maiores tensões médias (Esper & Sonsino, 1990; 1994). Segundo Beiss (1987) o material nitrocementado é mais sensível à tensão média do que o temperado e revenido.

Quanto aos tratamentos termoquímicos por plasma, a literatura também registra melhorias notáveis no comportamento à fadiga dos aços sinterizados, como se descreverá em item específico da próxima secção.

## 2.3 - NITRETAÇÃO DOS AÇOS SINTERIZADOS

### 2.3.1 - Tratamentos Superficiais dos Aços Sinterizados

Os tratamentos de modificação superficial das peças metálicas visam usualmente melhorar propriedades tecnológicas tais como a resistência ao desgaste abrasivo sob diferentes condições de carregamento, a resistência ao engripamento, a resistência à fadiga sob diversos tipos de sollicitação, e a resistência à corrosão (Bell, 1991a). Algumas modificações consistem na agregação de uma camada superficial com características diferentes das do metal-base, isto é, um *revestimento* – como, p.ex., pintura, zincagem, cromagem, niquelagem, revestimento por solda, deposição física (PVD) ou química (CVD) de vapor, etc. – e outras envolvem uma alteração física e/ou química na região superficial do metal-base – e.g., têmpera superficial, cementação, nitretação, carbonitretação, coligação superficial, etc.

No caso da metalurgia do pó ferrosa, a maioria destas tecnologias vem sendo aplicada a produtos de densidade relativa próxima de 100%, fabricados por sinter-forja, compactação isostática a quente, etc. Para componentes de maior porosidade, tratamentos termoquímicos como cementação (ingl. *carburizing*), nitrocementação (ingl. *carbonitriding*), nitretação (ingl. *nitriding*), carbonitretação (ingl. *nitrocarburizing*) e tratamento a vapor (ingl. *steam oxidizing*) têm encontrado uma gama de aplicações mais ampla (Bell, 1991a). Dentre estes os tratamentos “ferríticos”, principalmente de nitretação e carbonitretação – executados em temperaturas mais baixas que os tratamentos austeníticos de cementação e nitrocementação – têm sido preferidos, primariamente porque minimizam problemas de distorção de forma e alterações dimensionais nas peças.

### 2.3.2 - Nitretação e Carbonitretação dos Aços

Em linhas gerais, nos tratamentos de *nitretação* as peças de aço são mantidas a uma temperatura determinada em um meio contendo nitrogênio; reações químicas e processos de difusão produzem nitretos na superfície e regiões adjacentes das peças, resultando em propriedades superiores de dureza superficial, resistência à fadiga, ao desgaste, à corrosão, etc. (ASM Handbook, vol. 4, 1991; Bocchini *et al.*, 1990). Nos tratamentos de *carbonitretação* (ingl. *nitrocarburizing*) a presença simultânea de carbono no meio de tratamento induz a formação de carbonitretos, resultando em microestruturas com propriedades superiores para determinadas aplicações, como p.ex. aquelas que envolvem desgaste (Rembges, 1992a; Wahl & Alwart, 1996).

O entendimento destes processos exige, naturalmente, a consideração dos aspectos relevantes das interações físicas, químicas e metalúrgicas entre o ferro, o nitrogênio e o carbono.

A Figura 2.1 mostra a parte de maior importância prática no diagrama de fases Fe-N (Hansen & Anderko, 1958; Metals Handbook, 8th Ed., Vol. 8, 1973; Michel, 1987).

A fase  $\alpha$  é ferrita, contendo pequena quantidade de nitrogênio em solução sólida intersticial. A solubilidade máxima do nitrogênio na ferrita é cerca de 0,10% em massa a 590°C, diminuindo para 0,004% a 200°C.

A fase  $\gamma$  é a austenita nitrosa, de estrutura cúbica de faces centradas com os átomos de nitrogênio distribuídos aleatoriamente pelos interstícios. A solubilidade máxima do N na austenita é 2,8% em massa a 650°C. A 590°C esta fase sofre uma decomposição eutetóide  $\gamma \rightarrow \alpha + \gamma'$ , e o constituinte eutetóide assim formado é chamado de *braunita*, com um teor de 2,35% N em massa (Metals Handbook, *loc. cit.*; Robino & Inal, 1983).

A fase  $\gamma'$  é um nitreto, com fórmula estequiométrica  $\text{Fe}_4\text{N}$ , que existe para teores mássicos de N entre 5,7 e 6,1% a 450°C e é estável abaixo de 690°C. Em sua estrutura cristalina os átomos de ferro formam uma rede cúbica de faces centradas, com os átomos de N distribuídos de modo ordenado nos interstícios octaédricos (Michel, 1987; Jacobs *et al.*, 1995).

Para teores maiores de nitrogênio surge a fase  $\varepsilon$ , com estrutura hexagonal compacta, que pode existir em várias temperaturas com uma ampla gama de composições (teor de N entre 4,35 e 11,0%); pode ser representada pela fórmula  $\text{Fe}_{2,3}\text{N}$  (Metals Handbook, *loc. cit.*; Gerardin *et al.*, 1981; Jacobs *et al.*, 1995). A 650°C esta fase, com 4,5% N, sofre uma decomposição eutetóide em  $\gamma + \gamma'$ .

A fase nitreto  $\zeta$  ( $\text{Fe}_2\text{N}$ ) surge para teores de nitrogênio entre 11,0 e 11,35% e temperaturas inferiores a 500°C, com estrutura cristalina ortorrômbica (Hansen & Anderko, *ibid.*; Metals Handbook, *loc. cit.*).

A têmpera da austenita nitrosa produz uma estrutura conhecida como *martensita nitrosa*, similar à martensita carbônica ordinária. Esta austenita do sistema Fe – N é muito mais estável na região da transformação martensítica do que a austenita do sistema Fe – C (Jack, 1951, 1989).

O comportamento da martensita nitrosa durante o revenido mostra-se bastante diferente daquele da martensita do sistema Fe – C. No revenido abaixo de 250°C, forma-se uma nova fase nitreto  $\alpha''$  ( $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$ ) como produto intermediário da transformação:  $\alpha'$  (martensita nitrosa)  $\rightarrow \alpha$  (ferrita) +  $\gamma'$  ( $\text{Fe}_4\text{N}$ ).

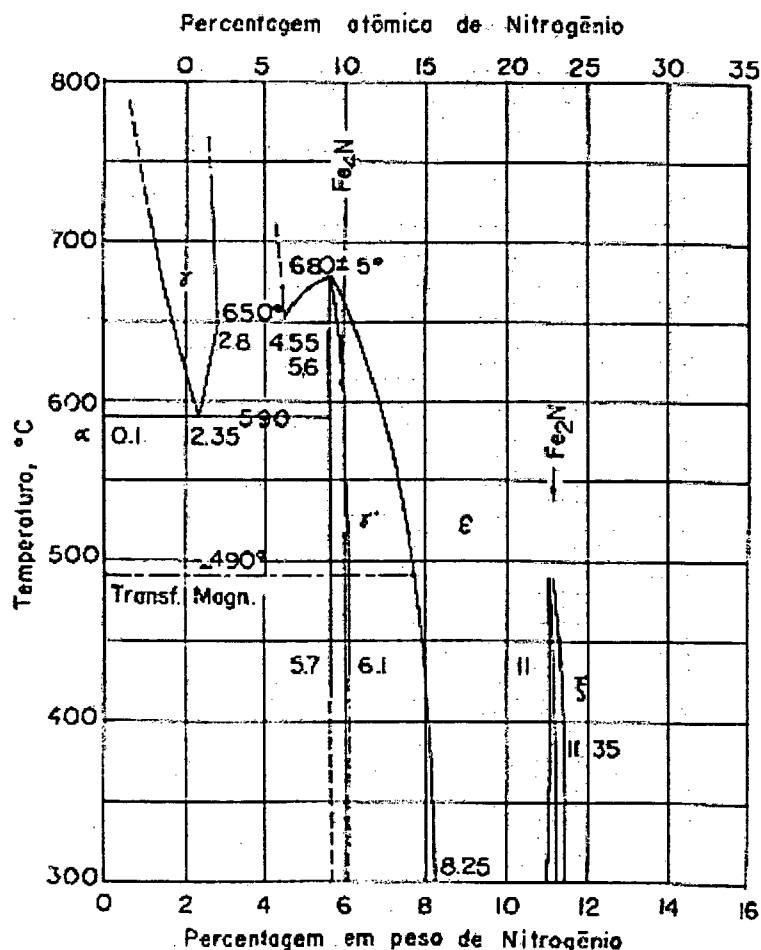


FIG. 2.1 – Diagrama de equilíbrio Fe – N (Hansen & Anderko, 1958).

A estrutura cristalina do  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  possui uma unidade básica formada por oito células tetragonais de corpo centrado da estrutura martensítica original, deformadas e alargadas, com um ordenamento completo dos intersticiais (Jack, 1951; 1975). Esta fase é estável à temperatura ambiente, mas evolui gradativamente para  $\gamma'$  pelo aquecimento já em temperaturas inferiores a  $200^\circ\text{C}$ . Forma-se também pelo envelhecimento da ferrita supersaturada de nitrogênio (obtida por resfriamento rápido após uma nitretação), a temperaturas inferiores a  $250^\circ\text{C}$  (Jack, 1951, 1975; Inokuti *et al.*, 1975; Mittermeijer *et al.*, 1980a). Straver e colaboradores (1984) observaram que os precipitados desta fase têm uma orientação preferencial com relação à matriz ferrítica (alinhando-se com planos  $\{100\}$  da mesma), em função do sinal das tensões residuais induzidas pela difusão do nitrogênio. Constata-se ainda que surgem precipitados de  $\alpha''$  no resfriamento lento em seguida à nitretação de ferro puro, aços-carbono e algumas ligas ferrosas (Colijn *et al.*, 1983; Metin & Inal, 1987; Pinasco *et al.*, 1995).

Na nitretação de ligas ferrosas contendo carbono, ou quando se trata de uma carbonitretação, o material forma carbonitreto, de acordo com o diagrama ternário Fe - N - C (Metals Handbook, *loc. cit.*; Du & Hillert, 1991).

A Figura 2.2 mostra duas isotermas desse diagrama, a  $500^\circ\text{C}$  e  $550^\circ\text{C}$ . Aqui as fases  $\epsilon$  e  $\gamma'$  são isomorfas das do sistema binário Fe - N, mas com parte dos átomos de nitrogênio substituídos por átomos de carbono. A fase  $\gamma'$  dissolve no máximo 0,2% C em massa (cerca de 0,8% atômicos num total em torno de 20% de intersticiais), e não é estável acima de  $680^\circ\text{C}$ . A solubilidade do nitrogênio na cementita é praticamente nula. Por outro lado, é muito maior a solubilidade do carbono na fase  $\epsilon$ , que aceita até 4,1% C em massa (representando quase a metade do total de átomos intersticiais) a  $500^\circ\text{C}$  e, segundo Naumann & Langenscheid (1965), essa solubilidade aumenta com o decréscimo da temperatura.

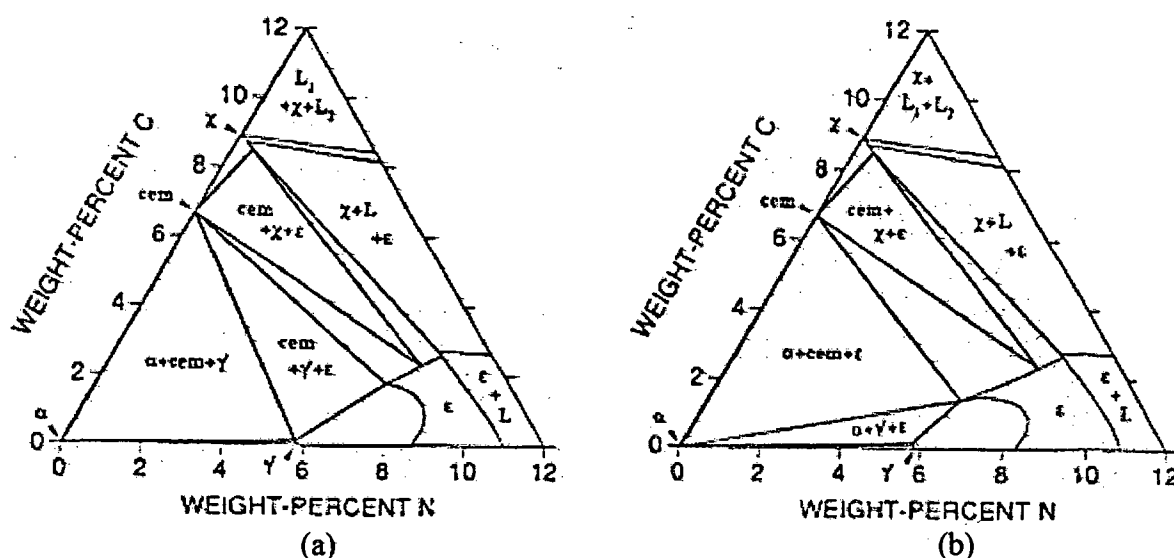


FIG. 2.2 – Secções isotérmicas do diagrama de equilíbrio Fe - C - N:  
(a) a  $500^\circ\text{C}$ ; (b) a  $550^\circ\text{C}$  (reproduzidas de Du & Hillert, 1991).

Para fins práticos, então, o carbono estabiliza e aumenta o campo de existência da fase  $\epsilon$ , e restringe o da fase  $\gamma'$  (Slycke & Sproge, 1989; Bocchini *et al.*, 1990). Assim, na carbonitretação

normalmente se produz fase  $\epsilon$  e, mesmo na nitretação sem adição de carbono, esta fase pode se formar pela reação do nitrogênio com a cementita (Mittemeijer *et al.*, 1980b; Somers & Mittemeijer, 1987, 1992).

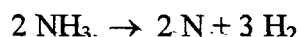
### 2.3.3 - Processos Convencionais de Nitretação

Os tratamentos de nitretação e carbonitretação das ligas ferrosas dispõem atualmente de tecnologias bem estabelecidas, que fornecem resultados expressivos quanto ao melhoramento superficial dos materiais.

Tradicionalmente, dependendo do meio empregado para efetuar o tratamento, distinguem-se dois tipos de nitretação: a *líquida*, que emprega banhos de sais fundidos à base de cianetos, e a *gasosa*, realizada em atmosfera à base de amônia. A nitretação *iônica* ou *plásmica* constitui um tipo mais recente de nitretação gasosa, que industrialmente vem sendo utilizado há não mais do que três décadas, e se diferencia da nitretação gasosa tradicional basicamente por empregar a atmosfera nitretante parcialmente ionizada, ou seja, no estado de *plasma*.

#### 2.3.3.1 - Nitretação a Gás

Na forma básica deste processo as peças de aço são submetidas a uma atmosfera de gás amoníaco em temperaturas na faixa de 500 a 575°C. O gás se dissocia na superfície das peças de aço segundo a reação



fornecendo nitrogênio ativo, cuja concentração na superfície, ao atingir um nível de saturação, produz nitretos através de um mecanismo de nucleação e crescimento (ASM Handbook, vol. 4, 1991; Somers & Mittemeijer, 1987; Slycke & Sproge, 1989). Parte do nitrogênio difunde-se lentamente para o interior do material, e na superfície forma-se uma camada fina (com espessura da ordem de 10 a 30  $\mu\text{m}$ ) constituída basicamente pelos nitretos de ferro  $\epsilon$  ( $\text{Fe}_{2-3}\text{N}$ ) e  $\gamma'$  ( $\text{Fe}_4\text{N}$ ). Esta camada, dura e frágil, é também conhecida como *zona de compostos* ou *compósita* e *camada branca* – esta expressão devida ao fato de não ser atacada por reagentes à base de ácido nítrico, aparecendo em cor clara nas micrografias (Lightfoot & Jack, 1977; Edenhofer, 1974, Part 2).

Abaixo desta camada tem-se a zona de difusão, geralmente com duas regiões distintas: a mais superficial, rica em precipitados de nitretos de ferro e/ou de elementos de liga, e a mais profunda, onde não se distinguem precipitados de nitretos e o nitrogênio se encontra em solução sólida intersticial na rede do ferro. Quando se forma uma precipitação fina de nitretos de elementos de liga, a dureza desta zona é significativamente aumentada. A profundidade de endurecimento depende de variáveis tais como temperatura e tempo de tratamento, composição do material, microestrutura, dureza do material-base e potencial de nitretação do gás (Edenhofer, 1974, Part 1; Staines, 1996).

Os aços comercialmente submetidos à nitretação gasosa contêm, portanto, elementos de liga formadores de nitretos, como alumínio, cromo, molibdênio, vanádio e titânio, que formam nitretos finamente dispersos na temperatura de nitretação. Para fornecer propriedades ótimas após o tratamento e estabilidade estrutural durante o mesmo, esses aços são previamente temperados e revenidos em temperatura superior à de nitretação. Aços-carbono sem tais elementos de liga não fornecem bons resultados com este tipo de nitretação, porque sua profundidade de endurecimento é pequena e formam uma camada de compostos muito quebradiça e facilmente destacável (Lightfoot & Jack, 1977; ASM Handbook, vol. 4, 1991; Staines, 1996).



A difusão do nitrogênio na nitretação a gás tradicional é muito lenta, de modo que o processo é demorado, podendo durar de 12 a 90 horas, e a espessura da camada nitrogenada pode atingir 0,8 mm para tempos longos. Como resultado ocorre um crescimento do material, que pode ser deduzido na usinagem prévia da peça ou retirado numa retificação após a nitretação (Chiaverini, 1988; ASM Handbook, vol. 4, 1991).

Em aços sinterizados a nitretação gasosa ocasiona uma grande penetração do nitrogênio através dos poros e forma camadas de compostos espessas e polifásicas (nitretos  $\epsilon$  e  $\gamma'$ ), inclusive em torno de poros subsuperficiais, causando fragilidade superficial e alterações dimensionais consideráveis (Edenhofer, 1974, Part 2; Bas & Molins, 1986; Bocchini *et al.*, 1990; Bell, 1991b). Isto ocorre mesmo em sofisticados processos recentemente desenvolvidos de nitretação a gás, com controle rigoroso do potencial de nitretação da mistura gasosa (Staines, 1996).

### 2.3.3.2 - Nitretação Líquida

Nesta técnica as peças de aço são imersas em um banho de sais fundidos, contendo usualmente cianetos de sódio e/ou de potássio, carbonato e cianato destes metais, bem como outros sais (cloreto de potássio, sulfito de sódio, etc.), em temperaturas na faixa de 510 a 580°C. Devido à alta toxicidade dos cianetos, mais recentemente passou-se a empregar banhos com menores teores destes sais (da ordem de 1 a 5%) (ASM Handbook, vol. 4, 1991; Rozendaal *et al.*, 1985; Slycke & Sproge, 1989).

Trata-se, a rigor, de um processo de carbonitretação, em que não só nitrogênio, mas também carbono é transferido ao metal, produzindo-se uma camada superficial constituída predominante ou exclusivamente do carbonitreto  $\epsilon$ . Ajustando-se os teores de cianeto e cianato, é possível controlar os potenciais de nitrogênio, carbono e oxigênio do banho salino (Slycke & Sproge, *op. cit.*).

O processo é aplicável tanto a aços ligados, inclusive aços rápidos, refratários e inoxidáveis, quanto a aços comuns de baixo carbono. A camada de compostos monofásica  $\epsilon$  é menos frágil e mais resistente ao desgaste e à corrosão atmosférica do que as camadas formadas pela nitretação gasosa (Edenhofer, 1974, Part 2; Bas & Molins, 1986).

A nitretação líquida apresenta ainda, sobre a nitretação a gás, as vantagens de um tempo mais curto de tratamento (em geral, poucas horas) e uma variação dimensional bem menor (Bas & Molins, 1986; Chiaverini, 1988). Contudo, os sais empregados, altamente tóxicos – mesmo nos banhos de baixo cianeto ainda há constituintes tóxicos – oferecem problemas de manipulação e riscos de poluição ambiental, antes, durante e após o uso.

Quando aplicada a aços sinterizados, a nitretação líquida ocasiona a infiltração de sais nos poros abertos, provocando posteriormente uma exsudação dos mesmos e uma conseqüente tendência à rápida corrosão das peças, a menos que a porosidade superficial seja previamente vedada, o que onera o processo (Bas & Molins, 1986; ASM Handbook, vol. 4, 1991; Bocchini, 1993; Schnatbaum *et al.*, 1993).

### 2.3.4 - Nitretação por Plasma

Neste processo um plasma à base de nitrogênio molecular reage com a superfície do metal dentro de uma câmara de vácuo. Além do nitrogênio podem estar presentes outros gases em quantidades controladas. Desejando-se executar uma carbonitretação, introduz-se também um gás contendo carbono, tal como metano (Edenhofer, 1974, Part 1; Michel, 1987; Bell, 1991b). Em comparação com os meios convencionais de nitretação, os plasmas aumentam particularmente a

possibilidade de diversificar as estruturas metalúrgicas da superfície, pois as reações que aí têm lugar são independentes dos equilíbrios termodinâmicos habituais.

#### 2.3.4.1 - Princípios da Nitretação por Plasma

O plasma usado neste tratamento consiste no gás nitretante parcialmente ionizado (grau de ionização da ordem de  $10^{-4}$ ) mediante a aplicação de alta voltagem entre dois eletrodos separados pelo gás. Sob tal diferença de potencial elétrico as moléculas do gás sofrem excitações eletrônicas, vibracionais e rotacionais, ionizações e dissociações, produzindo um típico fenômeno luminoso conhecido como *descarga luminescente*. Os íons positivos assim formados são acelerados em direção às peças a tratar, que ficam conectadas ao potencial negativo, atingindo-lhes a superfície com grande energia cinética e podendo aí reagir quimicamente ou ocluir-se, além de provocar a ejeção de elétrons, que são acelerados pelo campo elétrico vigente em direção ao ânodo, sofrendo colisões e perdendo energia no caminho (Edenhofer, 1974, Part 1; Chapman, 1980; Michel, 1987; Bocchini *et al.*, 1990; O'Brien & Goodman, 1991).

A função principal do plasma neste processo é portanto criar, a partir do nitrogênio presente, espécies químicas ativas, não necessariamente ionizadas, que reajam de modo controlado com a superfície do metal a tratar. Outra função corresponde ao transporte de energia pelas partículas que bombardeiam o cátodo; parte da energia cinética das mesmas é dissipada na superfície das peças, aquecendo-as até a temperatura escolhida para o tratamento, de modo que na maioria dos casos não é necessário um sistema adicional de aquecimento.

Acessoriamente o plasma permite um transporte de quantidade de movimento, utilizado para a decapagem e limpeza das superfícies a tratar.

Em um tal meio, totalmente fora do equilíbrio, é muito difícil a caracterização das espécies químicas ativas, cuja natureza, concentração e energia depende, numa determinada mistura gasosa, da densidade e da distribuição de energia dos elétrons. Por isto, o emprego deste processo de nitretação tem se baseado grandemente em dados empíricos. A partir de numerosos experimentos foram estabelecidas, para uso comercial, composições de misturas gasosas  $N_2 - H_2$  e  $N_2 - H_2 - CH_4$  que permitem obter, conforme a escolha e o material, uma zona nitretada puramente difusiva (i.e., isenta de camada de compostos) ou associada a uma camada superficial de nitreto  $\gamma'$  ou predominantemente de carbonitreto  $\epsilon$  (Kovacs & Russell, 1987; Michel, 1987; Bocchini *et al.*, 1990; O'Brien & Goodman, 1991).

De um modo geral, para se iniciar uma descarga elétrica através de um gás é necessária a aplicação de uma diferença de potencial mínima – comumente da ordem de centenas de volts – que depende da natureza e da pressão do gás, bem como da distância entre os eletrodos e seu material, forma e dimensões. O tipo de descarga elétrica obtido, por sua vez, depende também da relação entre a voltagem e a corrente; para a nitretação o regime de descarga adequado é o chamado *luminescente anormal*, em que o cátodo fica inteiramente envolvido pela descarga, a densidade de corrente é uniforme na superfície do mesmo e a intensidade de corrente aumenta com a tensão elétrica, constituindo uma condição necessária para que o tratamento da superfície seja uniforme (Jones *et al.*, 1975; Jindal, 1978; Chapman, 1980; Michel, 1987).

#### 2.3.4.2 - Técnica da Nitretação por Plasma

A execução deste processo necessita um dispositivo constituído pelos seguintes elementos (Michel, 1987; O'Brien & Goodman, 1991; Hombeck & Bell, 1991; Brunatto, 1993):

- uma câmara de vácuo;
- uma fonte elétrica de alta tensão;

- um sistema de distribuição de gás com controle da pressão, para mantê-la entre 0,1 e 10 torr (13,3 a 1333 Pa);
- um sistema de medição e regulação da temperatura.

O potencial elétrico, que pode variar de cerca de 100 a 1500 volts, é aplicado entre as peças a tratar, que constituem o cátodo do sistema elétrico, e a base ou parede metálica da câmara do reator, que serve como ânodo e fica normalmente conectada eletricamente à terra, para assegurar a proteção dos operadores.

Os tempos de tratamento variam de 10 minutos a um máximo de cerca de 20 horas, dependendo do tipo de aço e da profundidade de nitretação desejada (Jones *et al.*, 1975).

Um requisito técnico importante deste processo é o controle da descarga elétrica. Ao se trabalhar no regime de descarga anormal, pequenos incrementos locais na densidade de corrente podem resultar em uma concentração da descarga em determinados pontos, iniciando um regime de arco elétrico, em que a descarga se mantém com baixa tensão e alta densidade de corrente, causando um superaquecimento local e podendo danificar a peça. Por isto é necessário que o equipamento empregado possua um dispositivo capaz de diminuir a potência ou mesmo bloquear a alimentação elétrica em caso de necessidade. Na prática, atualmente isto é realizado mediante controladores eletrônicos de alta velocidade acoplados à fonte elétrica, ou pela aplicação de uma voltagem pulsada obtida pela retificação de uma onda completa, que extingue a descarga por períodos muito curtos a intervalos da ordem de 1/120 de segundo (Edenhofer, 1974, Part 1; Jones *et al.*, 1975; Michel, 1987; Brunatto, 1993).

Ainda como medida preventiva efetua-se nas peças a nitretar, via de regra, uma limpeza prévia por meio de uma descarga com argônio ou hidrogênio sob baixa pressão, de modo a eliminar contaminantes superficiais e evitar microarcs causados pela fácil ionização de moléculas orgânicas – provenientes, p.ex., de resíduos de lubrificantes – que aumentariam o risco de degeneração da descarga de nitretação para um regime de arco (Jones *et al.*, 1975; Bocchini *et al.*, 1990; Brunatto, 1993).

### 2.3.5 - Aspectos Metalúrgicos da Nitretação por Plasma

Enquanto atua a descarga elétrica os íons – bem como as espécies neutras (átomos e moléculas) ativadas e aceleradas pela colisão com os mesmos – atingem a superfície das peças a tratar com grande energia, ocasionando a ejeção (*sputtering*) dos átomos, tanto de ferro como de elementos de liga e de impurezas, presentes na superfície. Deste modo a superfície pode ser limpada de óxidos, carbonetos, etc. e, em virtude da difusão secundária de elementos leves como carbono e oxigênio em direção à superfície, a concentração dos mesmos pode ser diminuída também em regiões subsuperficiais do material (Edenhofer, 1974, Part 1; Lampe *et al.*, 1993).

Muitos estudos têm sido feitos com o objetivo de elucidar os mecanismos da nitretação por plasma. Com exceção de processos recentemente desenvolvidos de nitretação em pós-descarga (Michel *et al.*, 1995), em que as peças a ser tratadas são submetidas a um fluxo de gás logo após este ter atravessado a região de plasma, todos os processos de nitretação (e carbonitretação, etc.) assistidos por plasma são controlados essencialmente pela transferência de massa a partir do plasma e por interações deste com a superfície. Devido à complexidade destas interações e à natureza das espécies envolvidas em tais reações, ainda não há atualmente um modelo universal capaz de explicar o processo de nitretação plásmica.

Um modelo muito difundido deve-se a Kölbel (Keller, 1971; Edenhofer, 1974, Part 1). Segundo este, os átomos de ferro ejetados da superfície do cátodo (devido ao *sputtering*) se

combinariam, nas vizinhanças da mesma, com o nitrogênio ativo do plasma, formando nitretos ricos em nitrogênio, como  $\text{FeN}$  e  $\text{Fe}_2\text{N}$ , que seriam retrojetados sobre aquela superfície e nela adsorvidos. Por serem instáveis na temperatura em que se acha o cátodo (400 a 600°C), decompor-se-iam em nitretos mais pobres em nitrogênio ( $\text{Fe}_{2-3}\text{N}$ ,  $\text{Fe}_4\text{N}$ ), liberando grandes quantidades deste elemento, que então se difundiria para o interior do material e, em parte, de volta para o plasma.

Diversos autores (p.ex., Keller, 1971; Metin & Inal, 1987; e, mais recentemente, Li & Manory, 1996) tendem a confirmar pelo menos as conclusões deste modelo. Há indicações bastante positivas de que nitretos de ferro com várias estequiometrias e compostos do tipo  $\text{FeN}_x\text{H}_y$  se depositam na superfície do substrato e se ligam a ela por meio de processos físicos e químicos durante o tratamento em plasmas à base de  $\text{N}_2$  e  $\text{H}_2$  (Lampe *et al.*, 1993).

Jones e colaboradores (1975) e Lampe *et al.* (1993) observam que a aceleração de íons positivos em direção à superfície de materiais ferrosos é aparentemente indispensável para a nitretação, já que em todas as investigações que examinaram o efeito de um viés no potencial do cátodo, só se constatou nitretação quando foi usada uma descarga luminescente de corrente contínua ou, pelo menos, uma descarga de alta frequência com uma superposição de corrente contínua.

Por outro lado, experimentos de nitretação em pós-descarga mostraram que espécies ativadas de longa duração é que são as responsáveis pela nitretação neste caso, não sendo o *sputtering* um pré-requisito necessário para a mesma (Rie, 1990; Michel *et al.*, 1995). Hudis (1973) e Jones *et al.* (1975), aliás, já haviam chegado a esta mesma conclusão a respeito do *sputtering*.

Segundo estudos citados por Michel e co-autores (1995), em um plasma de nitrogênio puro as espécies ativas mais abundantes são moléculas de  $\text{N}_2$  vibracionalmente excitadas, seguidas de íons  $\text{N}_2^+$  e átomos neutros  $\text{N}$ ; e o papel essencial, inclusive nos processos de pós-descarga, é desempenhado pelas espécies neutras  $\text{N}$  e  $\text{N}_2$ . Eles concluem que espécies ionizadas e efeitos de pulverização (*sputtering*) da superfície não são necessários para a formação de camadas nitretadas, sendo fatores decisivos a temperatura do substrato e a presença de nitrogênio atômico que possa ser quimissorvido na superfície e conseqüentemente difundido para o substrato. O papel do hidrogênio seria o de desoxidar a superfície do substrato ferroso e de produzir maior densidade de átomos livres de  $\text{N}$ , além de íons e radicais neutros do tipo  $\text{NH}_x$ .

De todo modo, há suficientes evidências de que nos processos industriais de nitretação e carbonitretação plásmicas, diversos mecanismos e etapas (ativação da superfície, implantação iônica, pulverização da superfície, adsorção de espécies ativas, etc.), com diferentes conseqüências e graus de importância, ocorrem em paralelo.

A ativação da superfície pelo plasma sabidamente aumenta a taxa de nitretação (Keller, 1971; Lampe *et al.*, 1993). Em primeiro lugar, impurezas que poderiam prejudicar a difusão do nitrogênio para dentro do material são removidas pelo bombardeio de íons e partículas neutras. A presença de hidrogênio na mistura gasosa causa a redução de óxidos de ferro, e a pulverização remove os demais óxidos, levando à despassivação da superfície (importante, p.ex., para permitir uma nitretação satisfatória de aços inoxidáveis).

Sob o bombardeio das partículas do plasma aumenta a densidade de defeitos na superfície da peça tratada, e pode ocorrer um grande aumento de temperatura local (Lampe *et al.*, 1993; Metin & Inal, 1987). Estes efeitos resultam em aumento da energia específica da superfície e aceleram a difusão superficial e a adsorção química das espécies ativas.

Já nos primeiros minutos do tratamento pode se produzir uma camada coerente de nitretos de ferro na superfície da peça (Metin & Inal, 1987; Li & Manory, 1996). Segundo Edenhofer (1974, Part 1), nesta camada a difusão do nitrogênio é tanto intercrystalina – favorecida pelo

pequeno tamanho de grão dos nitretos e pela alta densidade de defeitos devida ao bombardeio pelo plasma – quanto transcristalina.

O grande número de parâmetros de tratamento que podem ser ajustados, em parte de modo independente (voltagem, corrente, pressão e composição do gás, duração do tratamento, temperatura, etc.) permitem otimizar a microestrutura, espessura e propriedades mecânicas da camada compósita e da zona de difusão.

Segundo Inal e co-autores (1990), a potência e a densidade de corrente desempenham um papel secundário na cinética da nitretação por plasma. A etapa que limita a cinética do processo é a introdução de nitrogênio no material, controlada ou pela taxa de difusão do nitrogênio através da matriz ou pela taxa de transferência de nitrogênio na interface entre a zona compósita e o substrato; uma vez que a camada de compostos se forma prontamente, fixando assim a concentração de nitrogênio na superfície da zona de difusão, a densidade de corrente do plasma não deve desempenhar uma função de controle da taxa do processo.

Na prática um dos parâmetros decisivos é a composição do gás de tratamento (Kovacs & Russell, 1987; Spalvins, 1990; Bocchini *et al.*, 1990). Escolhas comuns para uso comercial são:

- composições com menos que 5% de  $N_2$  e o restante  $H_2$  e/ou argônio – usuais, p.ex., na nitretação de aços-ferramenta – , que evitam a formação de camada de compostos, fornecendo tão somente uma camada difusiva com precipitados de nitretos de ferro ou de elementos de liga tais como Cr, Al, Mo, V, Nb ou Ti;
- misturas com 15 a 30%  $N_2$  e o restante de  $H_2$ , que formam uma zona compósita muito fina, com espessura geralmente não superior a 10  $\mu m$  mesmo para tempos longos de tratamento, e constituída predominantemente pela fase  $\gamma'$  ( $Fe_4N$ ) (com maiores tempos de tratamento aumenta somente a espessura da zona difusiva);
- atmosferas com teores médios ou altos de  $N_2$  e pequena quantidade de hidrocarbonetos (tipicamente, 60 a 75%  $N_2$ , 1 a 3%  $CH_4$  e o restante  $H_2$ , geralmente usada para aços comuns ou de baixa liga), que originam uma camada compósita em que predomina a fase  $\epsilon$  ( $Fe_{2-3}N$ ) e cuja espessura, assim como a da camada difusiva, aumenta com o tempo de tratamento, podendo atingir até 50  $\mu m$ ; são as misturas para *carbonitretação* (*nitrocarburizing*).

No ferro puro e nos aços não ligados as características básicas da zona de difusão são essencialmente independentes do tipo de atmosfera nitretante, mas são controladas pela taxa de resfriamento após o tratamento. Quando esses materiais são resfriados rapidamente em seguida à nitretação, a maior parte do nitrogênio difundido na rede do ferro abaixo da camada de compostos permanece em solução sólida supersaturada, causando um aumento no limite de escoamento e na resistência à fadiga do material-base (Dawes, 1990; Bell, 1991b). Se o resfriamento é lento, o nitrogênio em excesso se precipita na forma de plaquetas do nitreto  $\gamma'$  (que aparecem tipicamente com a forma de agulhas nas secções micrográficas), paralelas aos planos  $\{210\}$  da matriz, e plaquetas menores do nitreto  $\alpha''$  ( $Fe_{16}N_2$ ) (que se apresentam com a forma de pequenas agulhas ou bastonetes), paralelas aos planos  $\{100\}$  da ferrita, formadas em temperaturas mais baixas (Seybolt, 1969; Jack, 1975; Mittermeijer *et al.*, 1980b; Colijn *et al.*, 1983; Metin & Inal, 1987).

A presença de carbono, seja na mistura gasosa ou no material, favorece a formação da fase  $\epsilon$  na camada de compostos, pois estabiliza esta fase, possibilitando a sua formação sob valores mais baixos da atividade do nitrogênio (Slycke & Sproge, 1989; Staines, 1990). Se o carbono está presente no gás de tratamento, isto resulta em um crescimento mais rápido da camada de compostos em virtude da faixa de solubilidade muito mais ampla do carbono e do nitrogênio na fase  $\epsilon$ , possibilitando um gradiente de concentração mais intenso do que na fase  $\gamma'$ .

Mesmo com baixos níveis de carbono no gás, verifica-se uma intensa absorção desse elemento pelo material, promovendo a formação de  $\epsilon$  em detrimento da fase  $\gamma'$  (Lampe *et al.*, 1993).

Staines (1990) e Bell (1991b) assinalam que com atmosferas de  $N_2-H_2-CH_4$  é extremamente difícil produzir-se uma camada compósita monofásica  $\epsilon$  (que fornece uma série de vantagens tribológicas) em ferro puro, aços-carbono ou aços de baixa liga. Considerações de equilíbrio termodinâmico indicam que o aumento do nível de carbono na atmosfera deveria produzir a estrutura monofásica  $\epsilon$ ; mas sob as condições de não-equilíbrio que prevalecem no plasma, isto não ocorre automaticamente. Com teores mais baixos de metano tem-se também  $\gamma'$  e, com teores maiores, também  $Fe_3C$ . Para se ter exclusivamente fase  $\epsilon$ , seria fundamental o controle do potencial de carbono ativo da atmosfera, levando-se em conta também o teor de carbono do material. Segundo Haruman *et al.* (1992), o uso de  $CO_2$  em vez de metano favorece tal controle e a obtenção de maiores teores de  $\epsilon$ ; em nenhum caso eles conseguiram 100%  $\epsilon$ , mas atribuem a presença de  $\gamma'$  no ferro puro, em uma estreita faixa ao longo da interface camada compósita/substrato, ao resfriamento lento do material no reator em seguida ao tratamento.

Michel e colaboradores (1987), estudando a carbonitretação por plasma de ferro puro, reportam que, dentro da gama relativamente ampla de composições da fase  $\epsilon$ , aquelas próximas a  $Fe_4(C,N)$  são menos estáveis e decompõem-se, pelo resfriamento lento, em  $\epsilon + \gamma'$ , formando uma subestrutura lamelar característica. Por outro lado, com um resfriamento rápido após a carbonitretação obtém-se uma camada monofásica  $\epsilon$ , a qual, porém, é metaestável e sofre um processo de envelhecimento, mesmo à temperatura ambiente, com precipitação fina de  $Fe_{16}N_2$ . Para se estabilizar a fase  $\epsilon$  seria preciso aumentar o seu teor de intersticiais (C e/ou N), e os autores afirmam que isto pode ser obtido através da adição de pequenas quantidades controladas de  $H_2S$  à atmosfera de tratamento.

Li e Manory (1996) afirmam ter obtido uma camada monofásica  $\epsilon$  em aço AISI 1010 por um tratamento a  $600^\circ C$  por 6 horas em um plasma de  $40\%N_2-58,25\%H_2-1,75\%CH_4$  (% volumétricos) seguido de têmpera.

Segundo Lampe e co-autores (1993), no ferro puro e em aços-carbono formam-se camadas compósitas com uma distribuição bastante homogênea do carbono e do nitrogênio pelo tratamento com plasmas de  $N_2-H_2$  contendo cerca de 1% atômicos de C. Independentemente do teor de carbono do substrato, o da camada de compostos varia de  $\sim 2\%C$  junto à superfície para  $\sim 1\%C$  na transição para a zona de difusão. Isto contrasta com os resultados da nitretação sem adição de carbono, em que este elemento – proveniente do substrato – se acumula no fundo da camada compósita.

Ainda conforme estes autores, teores maiores que 1%C atômicos no gás de tratamento provocam um excessivo enriquecimento de carbono na camada compósita, resultando na formação de cementita, especialmente na transição com a zona de difusão, e tornando a camada heterogênea. Com mais de 3%C atômicos na atmosfera, fica totalmente suprimida a absorção de nitrogênio e a camada compósita passa a se constituir de cementita pura.

A razão para a absorção preferencial de carbono estaria nos baixos potenciais necessários para a ionização dos compostos moleculares de carbono ( $CH_4$ ,  $CH_3$ ,  $CH_2$ ,  $CH$ ) em comparação com os do nitrogênio molecular, e nas voltagens de excitação e ionização menores para o carbono do que para o nitrogênio atômicos. Isto implica que a ionização/dissociação do metano seria mais rápida e, portanto, a proporção de moléculas excitadas de hidrocarbonetos e átomos de carbono que atingem o cátodo e reagem com ele poderia ser significativamente maior do que a proporção de átomos e moléculas de nitrogênio, mesmo com frações atômicas de 70–75%N na atmosfera.

Segundo Bell (1991b), durante a carbonitretação de aços comuns com alta proporção de ferrita, somente o nitrogênio se difunde para dentro do material a partir da camada compósita,

uma vez que a ferrita já está normalmente na sua concentração de equilíbrio com respeito ao carbono. Contudo, uma certa difusão de carbono em direção ao exterior, partindo de regiões de alta concentração de carbono na matriz para a camada compósita, é constatada na maioria dos aços e nos ferros fundidos.

Observou-se também que o coeficiente de difusão do nitrogênio nos aços a uma dada temperatura diminui com o aumento do teor de carbono do substrato, o que torna então mais lento o crescimento da zona de difusão (Cho & Lee, 1980; Sun & Bell, 1991).

Os elementos de liga presentes no substrato modificam os teores relativos das fases  $\epsilon$  e  $\gamma'$  na zona compósita, bem como a cinética de crescimento da camada nitretada.

De um modo geral, os elementos de liga que não formam nitretos, como Ni e Cu, também não atuam de modo favorável nos tratamentos de nitretação (Robino & Inal, 1983; Bocchini *et al.*, 1990; Rie & Schnatbaum, 1990; Rosso *et al.*, 1990; Molinari *et al.*, 1990). A presença de cobre diminui a absorção de nitrogênio e inibe a sua difusão volumétrica, produzindo camadas nitretadas mais espessas mas menos duras, e na zona compósita favorece a fase  $\gamma'$ . O níquel produz efeitos similares.

Elementos formadores de nitretos, como Cr, Al, V, Ti, Mo, Mn e Si, quando presentes como átomos substitucionais na rede do ferro, reagem *in situ* com o nitrogênio, causando uma precipitação coerente ou semicoerente de nitretos finamente dispersos na zona de difusão (Michel, 1987; Inal *et al.*, 1990; Rosso *et al.*, 1990). Também carbonetos de alguns desses elementos, especialmente de Cr e Mo, podem se dissolver em favor da formação de nitretos (Edenhofer, 1974, Part 2; Robino & Inal, 1983; Slycke & Sproge, 1989; Inal *et al.*, 1990). Assim, grande parte do nitrogênio que se difunde no material é consumida já em pequenas profundidades, de modo que a taxa de crescimento da camada nitretada é menor do que em aços não ligados submetidos a idênticas condições de tratamento.

Por outro lado, a dureza tanto da camada compósita quanto da zona de difusão aumentam, em geral, com maiores teores de elementos de liga em virtude do efeito de endurecimento por precipitação dos nitretos finamente dispersos, favorecendo a resistência à fadiga e ao desgaste.

Nos aços sinterizados observa-se uma penetração maior do nitrogênio do que em aços convencionais de mesma composição, devido à porosidade, e que tende a crescer com o aumento desta. O crescimento da camada difusiva é proporcional à raiz quadrada do tempo de tratamento, indicando uma conformidade com as leis clássicas da difusão; já o crescimento da camada compósita só exhibe tal comportamento em presença de carbono na atmosfera de tratamento (Rie & Schnatbaum, 1990; Bocchini *et al.*, 1990; Tosic *et al.*, 1990). Especialmente com atmosferas contendo carbono, a camada de compostos tende a prolongar-se para o interior do material através dos contornos de grão e dos poros próximos à superfície; e, dependendo do tamanho dos poros superficiais, pode-se obter uma camada compósita contínua e um fechamento parcial ou total dos mesmos (Rie *et al.*, 1986; Rie & Schnatbaum, 1990; Schnatbaum *et al.*, 1993).

As alterações dimensionais observadas nos aços sinterizados após o tratamento são normalmente desprezíveis e independentes da porosidade para densidades não inferiores a 6,9 g/cm<sup>3</sup> (Bas & Molins, 1986; Bocchini *et al.*, 1990; Rembges, 1992b). Contudo, é desejável que o material seja o mais homogêneo possível para assegurar propriedades adequadas e uniformes na camada tratada. Os tempos de tratamento podem ser relativamente curtos, da ordem de duas horas, visto que a porosidade promove um crescimento da camada endurecida mais rápido que nos aços convencionais. Tempos longos de tratamento aumentam a penetração do nitrogênio, mas diminuem a dureza das regiões superficiais (Bocchini *et al.*, 1990).

Segundo Rembges (1992a), em aços sinterizados a carbonitreção é preferível à nitreção, devido ao maior endurecimento e resistência ao desgaste conferidos à superfície tratada.

### 2.3.6 - Efeitos da Nitreção por Plasma sobre as Propriedades Mecânicas

O efeito de endurecimento produzido pela nitreção está, de um modo geral, associado a um incremento notável na resistência à fadiga policíclica e ao desgaste, e a um decréscimo na ductilidade, significativo apesar da limitada penetração do nitrogênio (Edenhofer, 1974, Part 2; Bocchini *et al.*, 1990; O'Brien & Goodman, 1991; Bell, 1991b; Qian & Fatemi, 1995).

Segundo Edenhofer (*ibid.*) a influência da zona compósita depende principalmente da homogeneidade da sua microestrutura, bem como da sua espessura, sendo as propriedades mecânicas muito melhores quando esta zona é monofásica, seja  $\gamma'$  ou  $\epsilon$ ; camadas compósitas formadas por uma mistura heterogênea de fases  $\gamma'$  e  $\epsilon$  possuem altas tensões inerentes nas regiões de transição entre as diferentes estruturas cristalinas, favorecendo o surgimento de microtrincas na presença mesmo de fracas solicitações externas. Por motivo semelhante as misturas gasosas carbonitretantes deveriam ter o teor de carbono limitado a não mais que 0,5% atômicos a fim de evitar o surgimento de estruturas polifásicas  $\epsilon + \text{Fe}_3\text{C}$ , que são igualmente frágeis. No entanto, teores pequenos (inferiores a 5%) de outras fases, tais como nitretos e carbonitretos de ferro ou de elementos de liga, não ofereceriam problemas práticos.

Michel *et al.* (1987), por outro lado, afirmam que, para muitas aplicações, a estrutura bifásica  $\epsilon + \gamma'$  formada pela decomposição da fase  $\epsilon$  durante o resfriamento lento fornece propriedades mecânicas suficientes, e não deve ser confundida com a estrutura bifásica heterogênea e frágil conseqüente de um potencial de carbono insuficiente no gás de tratamento.

Quanto à espessura da camada compósita, seu aumento tende a reduzir a ductilidade, e as propriedades ótimas seriam obtidas quando esta camada fosse monofásica e com a mínima espessura necessária para atender a requisitos específicos, tais como resistência ao desgaste ou à corrosão (Edenhofer, *ibid.*).

Uma vez que a zona compósita é constituída principalmente de compostos de ferro e nitrogênio (e, eventualmente, carbono), sua dureza depende pouco do teor de elementos de liga do material-base (O'Brien & Goodman, 1991). A fase  $\gamma'$ , cuja dureza (*ca.* 800 HV) é da ordem de 5 vezes maior que a do ferro puro, oferece um baixo coeficiente de atrito e mostra-se mais macia e dúctil do que a fase  $\epsilon$  para a mesma espessura de camada. Isto se deve, provavelmente, à sua estrutura cristalina cfc, que oferece condições mais favoráveis ao deslizamento de planos cristalinos do que a rede hexagonal da fase  $\epsilon$  (Edenhofer, *ibid.*; Michel, 1987). Assim, a camada compósita  $\gamma'$  é algo mais macia e menos resistente ao desgaste do que a camada  $\epsilon$ , mas é mais tenaz e menos suscetível a danos sob carregamentos severos.

A camada  $\epsilon$  é considerada por muitos autores como a melhor para aplicações de desgaste e fadiga que sejam relativamente isentas de carregamentos de impacto ou altas tensões localizadas (Michel, 1987; O'Brien & Goodman, 1991; Rembges, 1992a; Wahl & Alwart, 1996).

Segundo Edenhofer (*ibid.*) as camadas nitretadas com zona compósita monofásica  $\epsilon$  relativamente espessa (*ca.* 15  $\mu\text{m}$ ) devem ser preferidas em peças sujeitas primariamente a desgaste abrasivo e corrosão; aquelas com zona de compostos monofásica  $\gamma'$ , relativamente fina (5 a 7  $\mu\text{m}$ ), são preferíveis para componentes submetidos a condições severas de fadiga e atrito; camadas nitretadas isentas de zona de compostos são as mais dúcteis, e recomendáveis para peças sujeitas principalmente a solicitações dinâmicas intensas.



Na zona de difusão procura-se obter um endurecimento máximo com a mínima perda possível de ductilidade. Em aços-carbono comuns e ferros fundidos a camada difusiva não atinge uma dureza significativamente maior que a do material-base e, por isto, estes materiais não se prestam a aplicações que envolvam altas tensões localizadas; contudo, a camada compósita pode ser excelente para a resistência ao desgaste em componentes submetidos a carregamentos leves (O'Brien & Goodman, 1991).

Condições ótimas de endurecimento na zona difusiva são conseguidas em aços ligados, mediante a precipitação intensa e finamente dividida de nitretos dos elementos de liga que tem lugar em determinadas faixas de temperatura, geralmente entre 400 e 550°C, dependendo da composição do aço e do grau de dureza desejado. Tempos e temperaturas excessivos ocasionam o coalescimento dos precipitados, com uma conseqüente deterioração da dureza (Edenhofer, *ibid.*; Rosso *et al.*, 1990).

O efeito endurecedor dos elementos de liga na zona difusiva depende da estrutura cristalográfica e dos parâmetros de rede dos nitretos por eles formados (Michel, 1987). Nitretos hexagonais, como AlN e Mn<sub>3</sub>N<sub>2</sub>, precipitam-se essencialmente nos defeitos da rede da ferrita e nos contornos de grão, participando pouco no endurecimento da zona difusiva. Os nitretos que possuem estrutura cúbica de faces centradas com parâmetro próximo a 0,4 nm, como CrN, Mo<sub>2</sub>N, VN, TiN, Mn<sub>4</sub>N, precipitam-se sob forma de partículas coerentes com a rede da ferrita; induzem um aumento no volume da zona de difusão e microdeformações na rede da ferrita, causando um endurecimento substancial e o surgimento de elevadas tensões residuais compressivas, que favorecem grandemente a resistência à fadiga do material.

De um modo geral, a melhora nas propriedades de fadiga conseqüente à nitretação é um efeito conjunto do endurecimento superficial e do estabelecimento de tensões residuais compressivas macro- e microscópicas na zona de difusão (Mittemeijer *et al.*, 1980a e 1980c; Delhez *et al.*, 1987; Sun & Bell, 1991; Barrallier *et al.*, 1997). Dado que para um componente submetido a carregamento cíclico a superfície é o local de mais provável iniciação de falhas, especialmente na presença de concentradores de tensão tais como entalhes, o endurecimento da superfície juntamente com a introdução de tensões residuais compressivas melhora a resistência à fadiga ao dificultar a iniciação e o crescimento de trincas superficiais.

Durante o tratamento, a difusão de nitrogênio para dentro do material causa uma expansão das camadas superficiais em comparação com o núcleo não nitretado, gerando um perfil (macroscópico) de tensões residuais que é compressivo junto à superfície e trativo no núcleo (Mittemeijer *et al.*, 1980a, 1980c; Delhez *et al.*, 1987). As tensões residuais microscópicas resultam da precipitação de nitretos na zona de difusão, tanto de elementos de liga (comumente durante o tratamento) como de ferro (durante o resfriamento); visto que a densidade dos nitretos é menor que a da matriz ferrítica, sua formação produz aumento de volume e compressão locais na matriz (Delhez *et al.*, 1987; Nosratinia, 1991; Barrallier *et al.*, 1997).

Sun & Bell (1991) e Nosratinia (1991) observam que a formação de tensões compressivas e a absorção de nitrogênio na zona difusiva de aços de baixa liga durante a nitretação por plasma causa uma redistribuição do carbono, que se difunde para as regiões isentas de tensões, isto é, a superfície (onde parte do carbono é perdida por efeito de *sputtering*) e a frente de nitretação, levando a uma descarbonetação da camada nitretada, à formação de uma zona rica em carbono na frente de nitretação e à precipitação de carbonetos em contornos de grão paralelos à superfície. Maior teor de carbono no material-base retém maior quantidade de elementos de liga na forma de carbonetos e reduz a quantidade disponível para a formação de nitretos, reduzindo as tensões residuais e o endurecimento junto à superfície e prejudicando assim a resistência à fadiga (Spies, 1993).

No ferro puro e nos aços comuns nitretados os níveis de tensão residual produzidos são menores do que nos aços ligados, devido à ausência de nitretos de elementos de liga, os quais geralmente são mais numerosos e produzem maior compressão na rede da ferrita do que os nitretos de ferro (Mittlemeijer *et al.*, 1980c; Delhez *et al.*, 1987; Sun & Bell, 1991). Contudo, o ferro e os aços comuns apresentam um endurecimento cíclico durante o processo de fadiga, que é favorecido pela interação de discordâncias com os precipitados de  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  e contribui para aumentar o nível das tensões residuais microscópicas, favorecendo a resistência à fadiga em decorrência da nitretação (Mittlemeijer, 1983; Preston, 1993).

Foi mencionado acima que os aços comuns resfriados rapidamente em seguida à nitretação podem reter a maior parte do nitrogênio em solução sólida supersaturada e, nesta condição, exibem um aumento considerável tanto no limite de escoamento como na resistência à fadiga (Dawes, 1990; Bell, 1991b). O aquecimento acima de  $150^\circ\text{C}$ , porém, bem como o resfriamento lento, levam à precipitação de nitretos de ferro, com um decréscimo da resistência estática e à fadiga.

Em geral não se observa uma correlação direta entre o nível de tensão residual, macro- ou microscópica, e o nível de microdureza, embora a origem de ambos seja similar, isto é, a introdução de nitrogênio e a precipitação de nitretos. Fatores que atuam durante o tratamento ou o resfriamento subsequente, como processos de relaxação, tipo de precipitação, redistribuição do carbono, etc., produzem efeitos diferentes sobre essas duas características (Delhez *et al.*, 1987; Sun & Bell, 1991; Nosratinia, 1991).

Spies (1993) reporta que, de um modo geral, em componentes de aços nitretados sem entalhes ou com entalhes suaves, a falha em fadiga policíclica começa com a formação de trincas subsuperficiais na região de transição entre a camada endurecida e o núcleo. Amplitudes elevadas de tensão aplicada levam o processo a se iniciar na superfície, e em componentes severamente entalhados as trincas incipientes se formam diretamente na superfície, independentemente da tensão na raiz do entalhe. Principalmente neste último caso e em componentes sujeitos a sobrecargas, é favorável uma camada nitretada com zona compósita monofásica  $\gamma'$  ou sem zona compósita, ou então que esta seja removida, a fim de reduzir a tendência à iniciação de trincas na superfície. Em geral é favorável uma zona difusiva espessa, com altas tensões residuais compressivas apresentando um valor máximo abaixo da superfície, e com alta dureza, a qual também estabiliza as tensões residuais. Conforme mencionado acima, um teor elevado de carbono no material-base prejudica a obtenção de tais características na zona difusiva, de modo que há uma tendência crescente a se empregar aços com menos de 0,2 ou 0,3% C para nitretação.

Mittlemeijer (1983) também conclui que maior espessura de camada nitretada favorece o aumento do limite de fadiga, mas adverte que uma camada demasiadamente espessa pode ocasionar altas tensões residuais trativas (macroscópicas) no núcleo da peça, com um efeito prejudicial sobre o limite de fadiga.

Jones e Martin (1977; 1978), estudando o comportamento à fadiga de um aço do tipo “Nitalloy” nitretado por plasma, reportam que na faixa de fadiga mesocíclica as tensões residuais trativas do núcleo podem promover uma abundante propagação de trincas subsuperficiais de fadiga a partir da interface de inclusões não metálicas com a matriz metálica. Eles observaram também que sob tensões que causavam vidas curtas (ou seja, em condições de fadiga oligocíclica) ocorria um trincamento precoce da camada nitretada, que levava à propagação de trincas de fadiga da superfície em direção ao núcleo e reduzia a vida em fadiga em comparação com a condição não nitretada.

Qian e colaboradores (1993; 1995) relatam, sobre o comportamento à fadiga de um aço SAE 1045 nitretado por plasma, que o material exibiu a princípio um amolecimento cíclico, nas primeiras centenas de ciclos, seguido por um endurecimento cíclico que continuou até quase o

falhamento, e interpretam este fato como indicando que a maior parte da vida em fadiga foi consumida no estágio de iniciação da trinca. Na região policíclica o tratamento resultou em um aumento de até duas ordens de grandeza na vida em fadiga sob carregamento uniaxial, com as trincas se iniciando subsuperficialmente junto a inclusões. Na região oligocíclica ( $N < \sim 10^5$  ciclos) a nitretação resultou no decréscimo de uma ordem de grandeza na vida em fadiga comparada com a do material não nitretado (sendo menor até mesmo que a vida do mesmo material homogeneamente nitretado através de toda a espessura), e as trincas se iniciaram na superfície dos espécimes.

Os autores explicam esta redução na vida em fadiga oligocíclica pela diferença de resistência ao escoamento e de coeficiente de Poisson entre a camada nitretada e o núcleo, que daria origem a um estado triaxial de tensões. Ao ser imposta uma deformação suficiente para causar escoamento plástico no material do núcleo enquanto a camada nitretada ainda está se comportando elasticamente, o núcleo se contrai nas direções transversais mais do que a camada, devido à diferença entre o seu coeficiente de Poisson ( $\nu = 0,5$  no regime plástico) e o da camada ( $\nu \approx 0,3$  no regime elástico), resultando em tensões transversais. Isto produz trincas na camada já para pequenas deformações, provocando concentração de tensões no núcleo e acelerando o processo de fadiga. O mesmo raciocínio é aduzido para explicar a redução da vida em fadiga do material nitretado submetido a ciclos de sobretensão em carregamentos de amplitude variável, e a perda de ductilidade em tração uniaxial estática em comparação com o material não nitretado.

Estes pesquisadores assinalam também que, na faixa de fadiga oligocíclica, amplitudes de deformação relativamente altas ( $> 0,5\%$ ) causariam deformações plásticas significativas mesmo na camada nitretada. Nestas condições, as tensões residuais seriam eliminadas após alguns poucos ciclos aplicados, de modo que não haveria benefícios em decorrência das mesmas.

Em linhas gerais todas as considerações expostas acima quanto ao efeito dos tratamentos por plasma sobre as propriedades mecânicas são aplicáveis aos aços sinterizados. Reportam-se, por exemplo, aumentos da ordem de 100% no limite de fadiga (Rembges, 1988). Aços sinterizados nitretados (Tosic *et al.*, 1990) e, especialmente, carbonitretados (Rie *et al.*, 1986; Rie & Schnatbaum, 1990; Bell, 1991b; Rembges, 1992b) formam camada compósita em torno de poros adjacentes à superfície, o que, juntamente com a retenção de lubrificante nos poros, favorece muito a resistência ao desgaste e, segundo Schnatbaum e co-autores (1993), também a resistência à fadiga, por arredondar os cantos e reduzir o tamanho médio dos poros junto à superfície.

Para materiais sinterizados é sempre necessário levar em conta os efeitos peculiares da porosidade, conforme discutido na secção 2.2. Particularmente, densidades da ordem de  $6,9 \text{ g/cm}^3$  ou menos favorecem uma penetração excessiva do nitrogênio no material, podendo resultar na formação de camada compósita em contornos de grão e em torno de poros subsuperficiais até grandes profundidades, o que fragiliza o material (Bocchini *et al.*, 1990; Bocchini, 1992). Por este motivo, e para garantir uma resistência e tenacidade adequadas no material abaixo da camada nitretada, recomenda-se que a densidade dos aços sinterizados destinados aos tratamentos de nitretação ou carbonitretação por plasma seja não inferior a  $7,0 \text{ g/cm}^3$ .

## CAPÍTULO 3

### MATERIAIS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

#### 3.1 - MATERIAIS SINTERIZADOS

##### 3.1.1 - Seleção dos Materiais

Para o estudo da influência da mistura gasosa de nitretação sobre a microestrutura e o perfil de microdureza, foram investigadas as seguintes composições de materiais sinterizados (percentagens em massa):

- ferro puro;
- liga Fe + 1,5 % Mo;
- liga Fe + 1,5 % Mo + 0,5 % C (“aço ao Mo”).

O ferro puro, como matéria-prima fundamental para todas as ligas ferrosas sinterizadas, foi estudado sob os pontos de vista da microestrutura, propriedades mecânicas e textura superficial, em todas as condições de tratamento superficial descritas abaixo. De igual modo foi investigada a liga Fe-Mo-C, como representante típica de um aço sinterizado estrutural nitretável. A escolha do molibdênio como elemento de liga deveu-se às boas propriedades de resistência mecânica, nitretabilidade e temperabilidade conferidas pelo mesmo aos aços, bem como à elevada sinterabilidade decorrente da fácil redução do seu óxido pelo hidrogênio contido nas atmosferas comumente usadas para sinterização de ligas ferrosas, conforme assinalado no capítulo precedente.

A liga binária Fe-Mo foi investigada somente quanto à microestrutura e microdureza, com o objetivo principal de evidenciar o efeito individual do elemento de liga Mo com respeito aos tratamentos de nitretação.

##### 3.1.2 - Caracterização e Preparação dos Pós

Partiu-se dos seguintes pós *atomizados*, fornecidos pelo fabricante Hoeganaes (USA):

- Ancorsteel 1000B (ferro comercialmente puro) para as amostras de ferro; e
- Ancorsteel 150 HP (pó pré-ligado de composição nominal Fe-1,5% Mo) para as amostras dos dois outros materiais.

A Tabela 3.1 apresenta a análise química dos pós usados, fornecida pelo fabricante.

**TABELA 3.1 – Análise Química dos Pós Metálicos Usados Fornecida pelo Fabricante:**

Ancorsteel	C	S	O	N	P	Si	Mn	Cu	Ni	Mo	Cr
1000B	<,010	0,012	0,094	<,001	0,007	0,010	0,13	0,08	0,05	-	0,05
150 HP	<,010	0,014	0,130	<,001	0,007	<,010	0,14	0,07	0,06	1,47	0,05

A distribuição dos tamanhos de partícula desses pós foi determinada de acordo com a norma MPIF 05/85. A Tabela 3.2 abaixo mostra os resultados em termos de percentagens médias, os quais estão bastante próximos dos fornecidos pelo fabricante.

De ambos os pós foi rejeitada a fração com tamanho superior a 250  $\mu\text{m}$ , que, de cor avermelhada, parecia conter um grande teor de óxidos.

Para todos os materiais foi empregado como lubrificante 0,8% em peso de estearato de zinco.

Para o aço ao Mo utilizou-se, como fonte de carbono, pó de grafite fornecido pela Cia. Nacional de Grafite Ltda. (São Paulo, SP); segundo o certificado de análise, o pó apresentava teor médio de 0,08 % de cinzas e 0,07 % de umidade, com granulometria de 98,52 % abaixo de 325 mesh (45  $\mu\text{m}$ ). Foram acrescentados 0,6 % em peso de pó de grafite ao pó Ancorsteel 150 HP.

**TABELA 3.2 – Distribuição de Tamanho de Partícula dos Pós Metálicos Usados:**

Faixa de Tamanho ( $\mu\text{m}$ )	Ancorsteel 1000B (%)	Ancorsteel 150 HP (%)
$t > 250$	0,61	2,30
$250 \geq t > 180$	1,22	3,10
$180 \geq t > 150$	7,74	7,17
$150 \geq t > 125$	7,57	5,84
$125 \geq t > 106$	13,85	12,00
$106 \geq t > 90$	10,85	9,24
$90 \geq t > 75$	14,54	13,66
$75 \geq t > 63$	1,91	2,40
$63 \geq t > 45$	23,55	23,67
$t \leq 45$	18,16	20,62
<b>Total</b>	100	100

A *comistão* dos pós foi efetuada em um misturador do tipo Y, a 45 rpm durante 90 min.

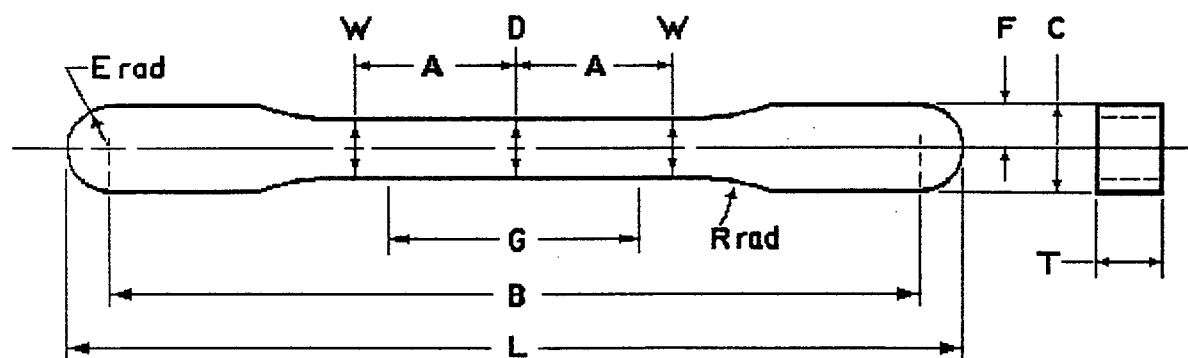
### 3.1.3 - Compactação de Corpos de Prova

Para a compactação dos corpos de prova foram usadas matrizes de duplo efeito, do tipo flutuante, com a forma correspondente, feitas em aço-ferramenta para trabalho a frio.

Da liga Fe-1,5%Mo foram compactados espécimes de forma cilíndrica, com 10 mm de diâmetro e altura também de cerca de 10 mm, empregando uma pressão de 600 MPa, em uma pequena prensa hidráulica de bancada, de acionamento manual e capacidade máxima nominal de 120 kN.

Do ferro puro e do aço ao Mo foram compactados, com auxílio de uma prensa hidráulica de duplo efeito da marca Gabbrielli (modelo L4, com capacidade máxima de 1.100 kN), dois tipos de corpos de prova:

- para ensaios de tração uniaxial e de fadiga em flexão plana, corpos de prova do tipo “cotonete”, com as dimensões especificadas pelas normas MPIF 10/85 e ASTM E 8M-90 (ensaios de tração) e ISO 3928 (ensaios de fadiga) (Fig. 3.1), sob pressão de 650 MPa.



Área Comprimida = 645 mm<sup>2</sup>

Nota – Dimensões especificadas, exceto G e T, são as da matriz.

Dimensões, mm

G – comprimento-base de medidas	25,40 ± 0,8
D – largura no centro	5,72 ± 0,03
W – largura na extremidade da seção reduzida	5,97 ± 0,03
T – espessura de compactação	3,56 a 6,35
R – raio do filete	25,4
A – semicomprimento da seção reduzida	15,88
B – comprimento de fixação	80,95 ± 0,03
L – comprimento total	89,64 ± 0,03
C – largura da seção de fixação	8,71 ± 0,03
F – semilargura da seção de fixação	4,34 ± 0,03
E – raio da extremidade	4,34 ± 0,03

FIG. 3.1 – Corpo de prova do tipo "cotonete" (dimensões segundo a norma ASTM E 8M-90), empregado nos ensaios de tração uniaxial e de fadiga em flexão plana.

- para ensaios de fadiga em flexão de três pontos, corpos de prova do tipo Charpy (norma ASTM E 23-91) - prismáticos com largura 10 mm, altura em torno de 10 mm e comprimento 50 mm (Fig.3.2) - sob pressão da ordem de 600 MPa. Os entalhes em forma de V, paralelos à direção de compactação (portanto, numa das faces de 50 mm de comprimento formadas em contato com a matriz de compactação) foram abertos por fresagem após a sinterização.

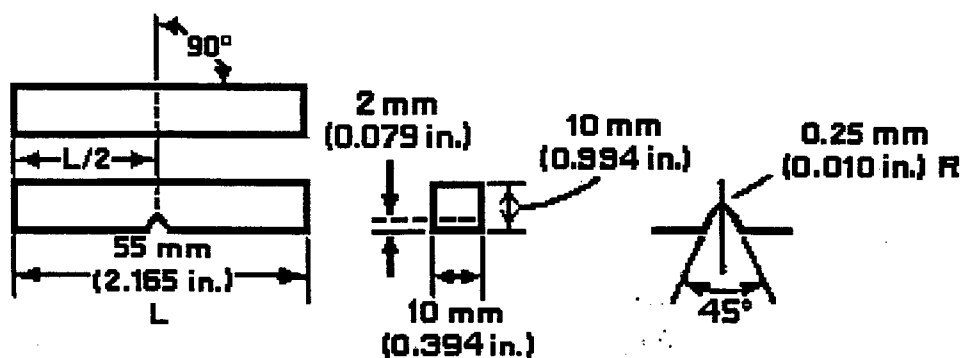


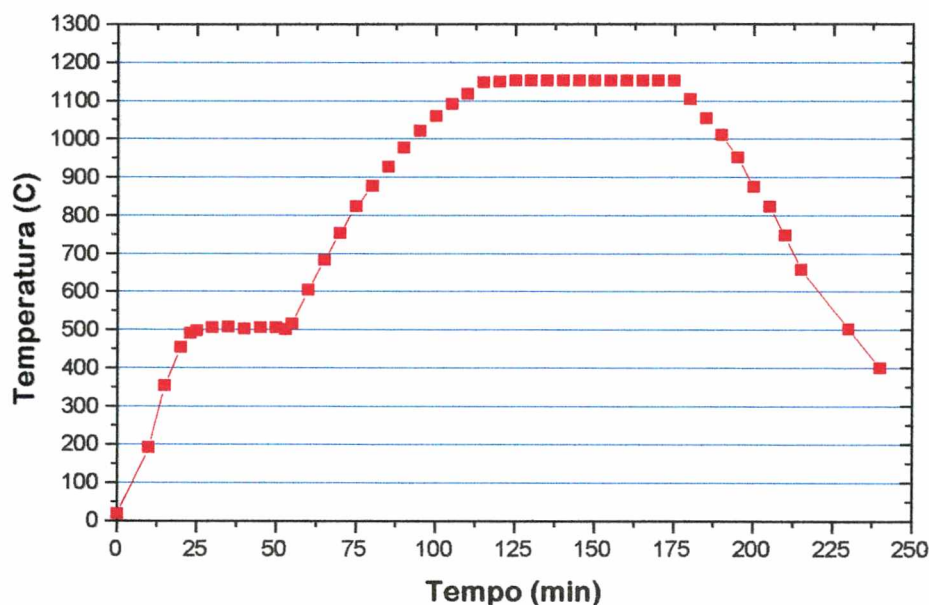
FIG. 3.2 – Corpo de prova Charpy com entalhe em V (norma ASTM E 23-91), utilizado para ensaios de fadiga sob flexão de três pontos.

### 3.1.4 - Sinterização

A sinterização dos espécimes foi realizada em uma câmara tubular de aço inoxidável AISI 310, inserida em um forno de aquecimento resistivo. Até 20 peças foram sinterizadas simultaneamente em cada fornada. O processo se iniciava pela deslubrificação das peças a 500° C durante 30 min, seguindo-se imediatamente o aquecimento até a temperatura de sinterização, 1150° C, em que as peças eram mantidas durante 60 min. As taxas de aquecimento médias entre 500 e 1150°C ficaram entre 10 e 14°C/min.

Após a sinterização as peças eram deixadas para resfriar dentro da câmara tubular de aço, a qual era lentamente retirada do forno, resultando em taxas de resfriamento médias na faixa de 10 a 20°C/min entre a temperatura de sinterização e 400°C.

A Fig. 3.3 apresenta um exemplo típico de ciclo térmico adotado.



**FIG. 3.3** – Ciclo térmico tipicamente representativo do procedimento de produção de espécimes sinterizados.

As atmosferas usadas foram:

- para o ferro e para a liga Fe-1,5%Mo: hidrogênio superseco;
- para o aço: uma mistura superseca  $H_2 + 1,5\% \text{ vol. } CH_4$ , em que a adição de metano objetivou minimizar as perdas de carbono no material através do aumento do potencial de carbono na atmosfera.

Após a sinterização os CP de todos os tipos foram numerados e identificados individualmente, com vistas à sua posterior seleção aleatória para a nitretação com diferentes misturas gasosas e, quando fosse o caso, para ensaios mecânicos.

A *densidade* dos materiais sinterizados foi determinada inicialmente por pesagem e medição direta dos CP, dividindo-se a massa (g) pelo volume calculado ( $cm^3$ ). A fim de avaliar este procedimento, foi utilizado também o método por imersão em água (método de Arquimedes), de acordo com a norma MPIF 42/1980, em amostras cortadas dos CP (no caso de Charpy ou "cotonete") ou, no caso de cilindros, em espécimes inteiros.



Tendo-se verificado que a diferença entre os valores fornecidos pelos dois métodos era sempre pequena (da ordem de 0,5% ou menos), o método de pesagem e medição direta foi usado para determinar a densidade de todos os espécimes individuais, sendo os valores correspondentes reportados em termos de (valor médio  $\pm$  desvio-padrão amostral) para cada combinação de material e tipo de corpo de prova.

### 3.2 - MATERIAL CONVENCIONAL (NÃO SINTERIZADO)

Na etapa preliminar da preparação da tese decidiu-se investigar aspectos relacionados puramente à nitretabilidade da geometria Charpy com entalhe em V e do comportamento à fadiga dos aços nitretados por plasma, evitando a complexidade microestrutural associada à porosidade presente nos materiais sinterizados. Para tanto foi utilizado um aço estrutural de nitretabilidade garantida em razão de seus elementos de liga:

- ANSI/ASTM A 387 Grau 5, de composição nominal 5,00% Cr; 0,50% Mo; 0,15% C,

gentilmente cedido pelo LABSOLDA/EMC/UFSC, na forma de uma chapa laminada a quente com 25 mm de espessura.

Desta chapa foram usinados corpos de prova com a geometria Charpy-V (norma ASTM E 23) (Fig. 3.2), com orientação tal que sua dimensão maior ficava perpendicular à direção de laminação da chapa, e o entalhe paralelo à direção da espessura da mesma.

Para fins de comparação com os materiais sinterizados, tais espécimes foram submetidos a ensaios de fadiga sob flexão de três pontos, tanto na condição não nitretada como em algumas das condições nitretadas, conforme mais adiante será descrito.

Visto que os resultados obtidos com este material apresentaram aspectos muito interessantes, quer considerados em si mesmos, quer em comparação com aqueles referentes aos materiais sinterizados, serão também expostos e discutidos juntamente com os demais.

### 3.3 - NITRETAÇÃO POR PLASMA

Procurou-se caracterizar o efeito do tratamento de nitretação por plasma com diferentes misturas gasosas - dentre aquelas de emprego industrial mais comum e citadas na literatura - sobre aspectos importantes dos materiais estudados, tais como a microestrutura, propriedades mecânicas, textura superficial, etc., conforme descrito mais adiante.

Para tanto foi usado um reator de médio porte (Moreno *et al.*, 1996), composto por uma câmara de aço inoxidável AISI 310 com um volume útil de  $1,35 \times 10^5 \text{ cm}^3$ , conectada a dispositivos apropriados para o controle de temperatura, pressão, tensão, fluxo e composição do gás nitretante (Fig. 3.4).

Os parâmetros de tratamento termoquímico comuns a todas as nitretações foram:

<i>temperatura</i>	540° C
<i>tempo</i>	120 min
<i>tensão</i>	400 a 500V
<i>fluxo</i>	4 cm <sup>3</sup> /s
<i>pressão</i>	400 Pa.



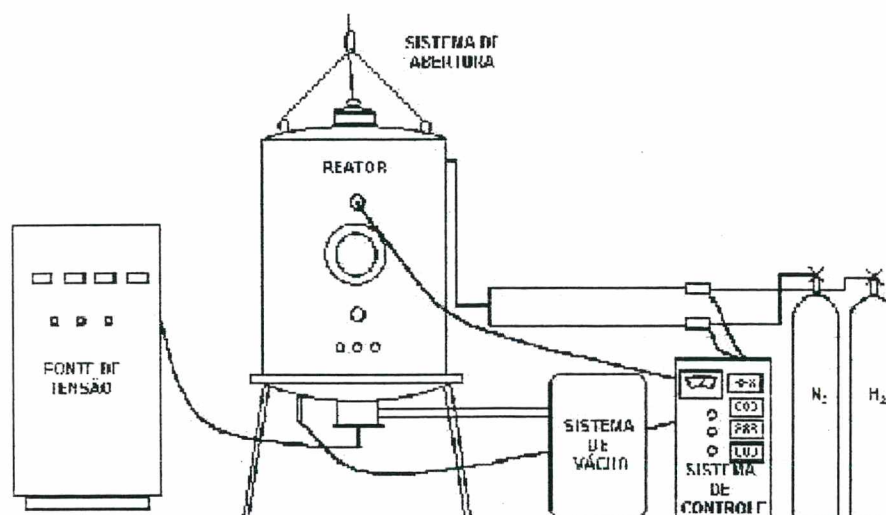


FIG. 3.4 – Esquema do reator-piloto de nitretação por plasma do LABMAT/EMC/UFSC.

As misturas gasosas empregadas estão especificadas na Tabela 3.3.

TABELA 3.3 – Atmosferas de Tratamento

<i><b>mistura gasosa</b></i>	<i><b>característica</b></i>	<i><b>composição (%vol.)</b></i>
<b>A</b>	pobre em N <sub>2</sub>	5 N <sub>2</sub> + 20 Ar + 75 H <sub>2</sub>
<b>B</b>	médio teor de N <sub>2</sub>	25 N <sub>2</sub> + 75 H <sub>2</sub>
<b>C</b>	rica em N <sub>2</sub> e carbonitretante	75 N <sub>2</sub> + 23,75 H <sub>2</sub> + 1,25 CH <sub>4</sub>
<b>D</b>	rica em N <sub>2</sub> e carbonitretante	75 N <sub>2</sub> + 23,75 H <sub>2</sub> + 2,5 CH <sub>4</sub>
<b>E</b>	rica em N <sub>2</sub>	75 N <sub>2</sub> + 25 H <sub>2</sub>

As atmosferas **A**, **B** e **C** correspondem a composições médias típicas de emprego comercial em aços (Michel, 1987; Kovacs & Russell, 1987) e produzem microestruturas nitidamente distintas. A atmosfera **D**, com maior adição de carbono, e a mistura **E**, sem adição de carbono, foram utilizadas com o intuito principal de evidenciar o efeito deste elemento químico sobre a microestrutura e a microdureza resultantes do tratamento, bem como sobre aspectos do comportamento à fadiga sob flexão de três pontos (espécimes Charpy-V).

Os corpos de prova a nitretar foram selecionados aleatoriamente dentre os espécimes produzidos de cada material, seguindo as recomendações do manual ASTM STP 588 (1975).

Os espécimes do tipo "cotonete" foram submetidos apenas às misturas **A**, **B** e **C**, sendo 40 (quarenta) espécimes de cada material nitretados em cada mistura gasosa.

Dos demais espécimes sinterizados, seis a oito CP Charpy de cada material (Fe puro e Fe-1,5Mo-0,5C) e seis cilindros da liga Fe-1,5Mo foram nitretados em cada mistura gasosa.

Alguns espécimes do aço ANSI/ASTM A387/5 foram submetidos a nitretação por plasma em um reator do Laboratório de Física do Plasma da UFSC, descrito detalhadamente por Lawall *et al.* (1993). Foram usados os mesmos parâmetros de temperatura, tempo, tensão, fluxo e pressão descritos acima, porém com uma atmosfera de 90% N<sub>2</sub> + 10% H<sub>2</sub>. Por outro lado, quando da nitretação das amostras sinterizadas com as misturas A, B e C, espécimes Charpy do aço A387/5 foram acrescentados à batelada para serem nitretados simultaneamente.

Antes de cada operação de nitretação, as peças eram submetidas a uma limpeza com acetona P.A. sob ultrassom durante 20 minutos; em seguida, eram colocadas no reator e submetidas a limpeza por *sputtering* com H<sub>2</sub> durante 30 minutos a uma pressão de 0,8 torr e uma temperatura em torno de 300°C.

Os efeitos dos tratamentos por plasma foram investigados por diferentes métodos, físicos, metalúrgicos e mecânicos, conforme descrito abaixo.

### 3.4 - PREPARAÇÃO METALOGRÁFICA

A preparação de amostras para metalografia fez-se através de procedimentos usuais para produtos ferrosos sinterizados (*Metallographic Handbook*, Hoeganaes, 1995), conforme os passos descritos a seguir:

- (a) corte das amostras com disco de diamante na máquina Microtom;
- (b) embutimento a quente em resina reforçada com fibra de vidro (tipo IsoFast do fabricante Struers), a fim de minimizar o arredondamento da periferia da secção metalográfica;
- (c) sequência de lixamento em 150, 220, 320, 400 e 600 mesh;
- (d) polimento: (d.1) nas amostras sinterizadas, polimento inicial em diamante de 15 µm até a remoção das marcas de lixamento, seguido de diamante de 6 µm, alumina de 1 µm e alumina de 0,3 µm, visando esta sequência minimizar o fechamento dos poros da superfície devido ao lixamento; (d.2) nas amostras do aço ASTM A387/5, não sinterizado, polimento apenas em alumina de 1 µm e de 0,3 µm;
- (e) ataque químico: (e.1) na maioria das amostras, com reativo nital 2% (2% HNO<sub>3</sub> em etanol), amplamente empregado para a micrografia de aços comuns e considerado um dos mais adequados para revelar a microestrutura de camadas nitretadas (Mridha & Jack, 1982a; Franke *et al.*, 1989); algumas amostras, contudo, foram atacadas com outros reativos, capazes de permitir uma distinção entre as fases de nitreto ε e γ' presentes nas camadas superficiais de compostos dos materiais nitretados: (e.2) picral (solução de 4 g de ácido pícrico em 100 ml de etanol) – (Mridha & Jack, *op. cit.*); (e.3) reativo composto de 1% HNO<sub>3</sub> + 0,1% HCl em etanol, que ataca preferencialmente a fase γ' (Somers *et al.*, 1990).

As análises micrográficas foram realizadas por microscopia óptica usando um microscópio modelo Neophot 30 do fabricante Carl Zeiss; e por meio de microscopia eletrônica de varredura, com um microscópio eletrônico modelo 810 da marca Philips, dotado de detector de elétrons retroespalhados, como dispositivo auxiliar na análise de imagens, e de microsonda (EDAX) para análise química pontual.

Para a determinação do tamanho médio dos grãos e dos poros nos materiais sinterizados, duas a três amostras para cada combinação de corpo de prova e material foram impregnadas com uma resina fenólica (do mesmo tipo usado na confecção de compósitos com fibra de vidro), com o fim de se preencher os seus poros e manter a morfologia dos mesmos durante as etapas de lixamento e polimento. Para isto utilizou-se uma câmara de vácuo do Laboratório de Meios Porosos e Propriedades Termofísicas de Materiais (LMPT/EMC/UFSC). Inicialmente as



amostras eram mantidas sob vácuo durante um tempo de cerca de 20 minutos, a fim de se remover a maior parte do ar contido nos poros abertos; em seguida a resina líquida, misturada com uma quantidade adequada de catalisador, era lançada de modo controlado sobre as amostras através de uma tubulação, até cobri-las completamente, penetrando nos poros das mesmas por efeito de capilaridade. O endurecimento total da resina verificava-se em cerca de 24 horas, após o que as amostras eram preparadas metalograficamente como descrito acima.

O tamanho médio dos grãos e dos poros foi determinado através do método dos interceptos, de acordo com o procedimento prescrito na norma ASTM E 112-88.

Os dados de espessura da camada nitretada na zona de difusão foram determinados nas secções metalográficas juntamente com os perfis de microdureza e, eventualmente, sobre as fotos tiradas com o microscópio óptico ou o eletrônico. A espessura das camadas de compostos foi calculada como a média de pelo menos 50 medidas individuais para cada material e condição nitretada, determinadas sobre as fotos, em locais igualmente espaçados ao longo da periferia da amostra vista na foto. Em todos os casos, efetuou-se um número igual de medições nas superfícies formadas em contato com o estampo (punção) e em contato com a matriz de compactação.

### 3.5 - ANÁLISES POR RAIOS X

A fim de revelar as fases presentes na superfície dos materiais estudados, foram realizadas análises difratométricas por raios X em amostras correspondentes a todas as combinações de material e condição superficial. Para isto foi usado um difratômetro modelo Philips X-pert e a radiação  $K\alpha$  do cobre, que é considerada bem adequada para a análise de camadas nitretadas em materiais ferrosos devido à sua pequena profundidade de penetração em compostos de ferro (Delhez *et al.*, 1987).

Foi examinada a gama angular ( $2\theta$ ) de 20 a  $120^\circ$ , a qual abrange todas as reflexões principais das fases de existência mais provável, em passos de  $0,05^\circ$  (*step size*), com tempo de contagem de 2 segundos por passo.

A análise dos espectros obtidos foi realizada com auxílio do software PC-APD/Phase Analysis da Philips, e de dados do Powder Diffraction File do JCPDS – Joint Committee for Powder Diffraction Standards / International Centre for Diffraction Data (1981).

### 3.6 - PERFIS DE MICRODUREZA

Os perfis de microdureza dos materiais nitretados foram determinados mediante um microdurômetro Shimadzu HMV 2000. As impressões nos primeiros 20  $\mu\text{m}$  de profundidade foram feitas com carga de 10 gf, e as demais com 25 gf, cada ponto correspondendo à média de 12 a 15 impressões.

No aço ASTM A 387/5 foi determinada também a macrodureza Vickers com carga de 30 kgf, usando um durômetro tipo HPO 250 da marca Heckert-VEB.

### 3.7 - ENSAIOS MECÂNICOS

#### 3.7.1 - Ensaios de Tração

Os ensaios de tração monotônica foram realizados conforme a norma ASTM E 8M-90, em CP do tipo "cotonete", em uma máquina universal de ensaios eletro-hidráulica MTS modelo 810 controlada por meio de um microcomputador, nas instalações do Centro Federal de Educação Tecnológica do Paraná (CEFET/PR, em Curitiba). Em todos os ensaios usou-se velocidade constante de 1,0 mm/min. Para a medição da deformação foi usado um extensômetro de precisão acoplado ao CP.

Foram ensaiados pelo menos 6 CP para cada combinação de material (ferro ou liga Fe-Mo-C) e condição superficial (não nitretada ou nitretada com a mistura gasosa **A**, ou com a mistura **B**, ou com a **C**), selecionados aleatoriamente dentre aqueles que sobraram após a escolha de CP para os ensaios de fadiga em flexão plana, conforme descrito abaixo. Os ensaios foram executados sucessivamente em lotes de 8 CP cada um, formados de modo que cada um continha somente um exemplar de cada combinação. Nos lotes sucessivos, cada combinação era ensaiada na ordem em que fora selecionada.

#### 3.7.2 - Ensaios de Fadiga em Flexão Plana

Os ensaios de fadiga em flexão plana foram realizados com carregamento alternado, amplitude de tensão constante, tensão média zero e frequência de 30 Hz em uma máquina de ensaios da marca Schenck tipo PWO-N.

Foram ensaiados pelo menos 16 CP para cada combinação de material (ferro ou liga Fe-Mo-C) e condição superficial (não nitretada ou nitretada com a mistura gasosa **A**, ou com a mistura **B**, ou com a **C**), distribuídos em dois diferentes níveis de tensão máxima ( $S_{max}$ ). Estes níveis foram escolhidos com base em resultados de ensaios preliminares, de maneira a fornecer expectativas de vida em fadiga da ordem de  $10^4$  a  $10^5$  ciclos (nível superior) ou de  $10^6$  ciclos (nível inferior), abrangendo portanto as faixas de fadiga mesocíclica e policíclica, e sendo em geral diferentes para cada combinação material – condição superficial. Havendo sobra de CP, eles foram ensaiados de preferência no nível inferior de  $S_{max}$ , onde era de se esperar uma maior dispersão nos resultados (Dieter, 1981), ou eventualmente em níveis intermediários de  $S_{max}$ .

A escolha dos CP foi feita aleatoriamente dentre os disponíveis de cada combinação material - condição superficial, e eles foram agrupados em lotes de oito, de modo que cada lote contivesse somente um exemplar de cada combinação, na ordem em que fora sorteado. A atribuição dos níveis de tensão (superior ou inferior) a cada lote também foi feita tanto quanto possível aleatoriamente, mas de modo que pelo menos oito lotes fossem ensaiados em cada nível. Tais procedimentos estão de acordo com as instruções do manual ASTM STP 588 (1975).

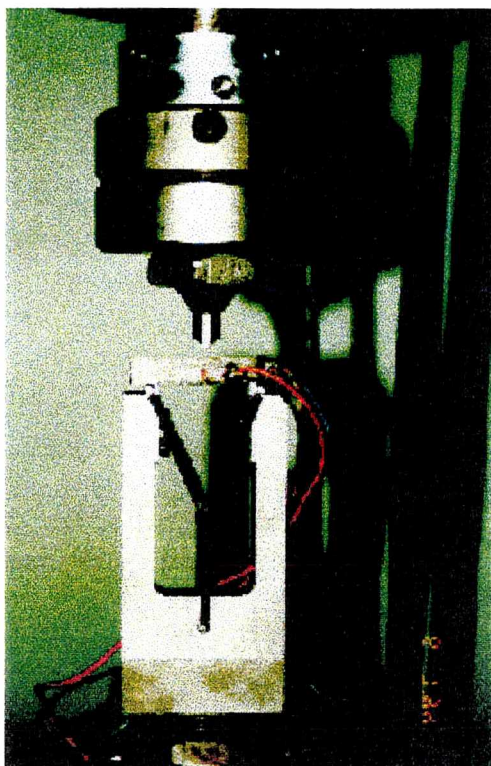
O término de cada ensaio era assinalado pela parada automática da máquina de ensaios, a qual fora ajustada, de acordo com as instruções do seu manual de operação, para desligar automaticamente quando ocorresse uma pequena alteração na amplitude da oscilação da alavanca de medição da máquina (da ordem de 0,02 mm sobre um comprimento de 150 mm); segundo o manual de operação da máquina, isto corresponde ao início da formação de uma fissura macroscópica no CP. Embora não tenha sido determinada uma correlação quantitativa entre a variação de deflexão, capaz de causar a parada da máquina, e o comprimento da trinca presente no CP – a qual, de resto, nem sempre era visível a olho nu ou mesmo com uma lupa de 10 vezes de aumento – verificou-se que, sendo a máquina religada após a primeira parada, a



ruptura total do CP ocorria sempre após menos de 10.000 ciclos adicionais; ou senão, em muitos casos o espécime podia ser fraturado manualmente sem grande esforço. Com base em tais observações, assumiu-se que o término do ensaio coincidia qualitativamente com a formação de uma trinca macroscópica no espécime.

### 3.7.3 - Ensaio de Fadiga em Flexão de Três Pontos

Os ensaios de fadiga em flexão de três pontos foram executados nos espécimes Charpy empregando o ferramental mostrado na Figura 3.5, montado na máquina de ensaios servo-hidráulica MTS modelo 810 do LABMAT. Trata-se do mesmo tipo de ferramental usado para ensaios de fratura tais como os de determinação de  $J_{Ic}$  e CTOD (Ferreira, 1987). O CP, com o entalhe voltado para baixo e posicionado centralmente entre dois suportes afastados de 40 mm, era carregado por um cutelo alinhado com o entalhe sobre a face oposta ao mesmo, o qual tendia então a se abrir quando do carregamento do espécime.



**FIG. 3.5** – Ferramental para ensaio de flexão de três pontos em CP Charpy, montado na máquina de ensaios MTS.

Usou-se uma frequência de 25 Hz, amplitude de tensão constante, carga mínima (compressiva) de 50 N, e uma carga máxima compressiva calculada para produzir uma tensão *nominal* máxima (ou seja, a tensão trativa máxima na raiz do entalhe, não se computando a intensificação de tensão devida ao efeito do mesmo, a qual é suposta idêntica em todos os espécimes) de 160 MPa nos espécimes de ferro, 200 MPa nos de aço sinterizado, e 300 MPa nos de aço ASTM A 387/5, independentemente da condição superficial. Nestas condições, o número de ciclos até a fratura ficou entre  $2 \times 10^4$  e  $2 \times 10^6$  para todos os espécimes.

Foram ensaiados 3 a 6 CP para cada combinação de material e condição superficial (não nitretada, e nitretadas com as misturas gasosas A, B, C, D ou E para o ferro e o aço sinterizados; para o aço convencional, não nitretada, e nitretada com as misturas A, B, C ou 90%N<sub>2</sub> - 10%H<sub>2</sub>,

conforme descrito acima). O objetivo principal foi a produção de uma trinca de fadiga localizada, com vistas ao estudo dos micromecanismos de fratura. Foi também registrado o número de ciclos até a fratura em cada ensaio.

### 3.8 - DETERMINAÇÃO DA MICROTEXTURA SUPERFICIAL

A micromorfologia da superfície do ferro e do aço sinterizados, na forma dos CP Charpy e "cotonete", foi investigada antes e depois do tratamento de nitretação com as misturas **A**, **B**, **C** e **D**, a fim de evidenciar as alterações devidas ao mesmo. Para isto foram adotados dois procedimentos: exame da superfície por microscopia eletrônica de varredura, e determinação de parâmetros de rugosidade.

O exame por microscopia eletrônica utilizou o MEV citado no item 3.4.

A rugosidade foi medida por meio de um rugosímetro de contato elétrico (agulha) da marca Perthen, modelo S8P, com os seguintes parâmetros de medição: percurso total ( $l_t$ ) 5,600 mm; percurso de medição ( $l_m$ ) 4,000 mm; comprimento de *cut-off* ( $\lambda_c$ ) 0,800 mm. Os parâmetros de rugosidade (Apêndice I), determinados de acordo com as normas DIN 4762 e 4768, foram:

- desvio médio aritmético (= rugosidade média aritmética,  $R_a$ );
- altura máxima do perfil de rugosidade ( $R_y$ );
- profundidade média de rugosidade ( $R_z$ );
- profundidade máxima individual de rugosidade ( $R_{max}$ );
- profundidade de alisamento ( $R_p$ );
- profundidade de alisamento média ( $R_{pm}$ );
- percentagem de suporte do perfil ( $t_p$ ), para níveis de corte variando entre 1 e 6  $\mu m$ .
- para alguns CP, também a curva de suporte do perfil (curva de Abbott-Firestone).

Em cada CP, os valores determinados para cada parâmetro de rugosidade (exceto a curva de suporte) representam a média dos valores individuais medidos em cinco percursos paralelos entre si e à dimensão maior do CP.

No caso dos CP "cotonete" foram escolhidos para a avaliação rugosimétrica 8 exemplares para cada combinação de material e condição nitretada (**A**, **B** ou **C**), aleatoriamente dentre aqueles previamente destinados à nitretação. No caso dos CP Charpy foram investigados pelo menos 6 exemplares para cada combinação de material e condição nitretada (**A**, **B**, **C** ou **D**), representando a maior parte dos espécimes disponíveis. Em todos os CP avaliados as medições foram feitas – antes e depois da nitretação nos mesmos espécimes – sobre as faces formadas em contato com os punções (estampos) de compactação (designadas pela letra **P**); para fins de comparação, em um número menor dentre os mesmos CP foram feitas medições também sobre as faces formadas em contato com a matriz de compactação (designadas pela letra **M**).

### 3.9 - EXAMES FRACTOGRÁFICOS

O estudo das superfícies de fraturas nos níveis óptico e optoeletrônico, conhecido como *fractografia*, constitui uma ferramenta poderosa para a elucidação dos mecanismos de crescimento de trincas. No microscópio eletrônico de varredura (MEV), um feixe de elétrons incidindo sobre uma amostra produz, mediante diversos tipos de interação com o material, diferentes sinais (elétrons secundários, retroespalhados, absorvidos e transmitidos; raios X;



fótons de luz visível), que podem ser detectados e coletados por meio de dispositivos convenientes (Dobson, 1985; Franke *et al.*, 1989). Destes sinais, os elétrons secundários são geralmente utilizados para produzir fractogramas, por oferecer um sinal abundante e de boa resolução.

As superfícies de fratura dos CP de tração monotônica e de fadiga flexional ("cotonetes"), bem como a dos CP Charpy fraturados por fadiga em flexão de três pontos, foram assim examinadas por microscopia eletrônica de varredura, no modo de elétrons secundários. A mesma técnica foi utilizada para investigar as superfícies laterais dos CP quanto à micromorfologia, e em especial a dos espécimes de tração após o ensaio.

### 3.10 – SINOPSE DOS MÉTODOS EXPERIMENTAIS

A Tabela 3.4 apresenta de forma resumida os principais procedimentos experimentais empregados neste trabalho, exceto a fractografia, descrita no item 3.9. O exame micrográfico e a difratometria de raios X foram realizados em todas as combinações de material e condição superficial; a determinação do perfil de microdureza, em todas as condições nitretadas.

**TABELA 3.4 – Sinopse dos Principais Métodos Experimentais**

Material ↓	Condição Superficial	Micro-grafia/ Raios X	Micro-dureza	Rugosi-metria	Tração Mono-tônica	Fadiga – Flexão Plana	Fadiga – Flexão 3 Pontos
<b>FERRO SINTER.</b>	NN	<i>sim</i>	<i>não</i>	<i>sim</i>	<i>sim</i>	<i>sim</i>	<i>sim</i>
	A	<i>sim</i>	<i>sim</i>	<i>sim</i>	<i>sim</i>	<i>sim</i>	<i>sim</i>
	B	<i>sim</i>	<i>sim</i>	<i>sim</i>	<i>sim</i>	<i>sim</i>	<i>sim</i>
	C	<i>sim</i>	<i>sim</i>	<i>sim</i>	<i>sim</i>	<i>sim</i>	<i>sim</i>
	D	<i>sim</i>	<i>sim</i>	<i>sim</i>	<i>não</i>	<i>não</i>	<i>sim</i>
	E	<i>sim</i>	<i>sim</i>	<i>não</i>	<i>não</i>	<i>não</i>	<i>sim</i>
<b>LIGA Fe-1,5%Mo SINTER.</b>	NN	<i>sim</i>	<i>não</i>	<i>não</i>	<i>não</i>	<i>não</i>	<i>não</i>
	A	<i>sim</i>	<i>sim</i>	<i>não</i>	<i>não</i>	<i>não</i>	<i>não</i>
	B	<i>sim</i>	<i>sim</i>	<i>não</i>	<i>não</i>	<i>não</i>	<i>não</i>
	C	<i>sim</i>	<i>sim</i>	<i>não</i>	<i>não</i>	<i>não</i>	<i>não</i>
	D	<i>sim</i>	<i>sim</i>	<i>não</i>	<i>não</i>	<i>não</i>	<i>não</i>
	E	<i>sim</i>	<i>sim</i>	<i>não</i>	<i>não</i>	<i>não</i>	<i>não</i>
<b>AÇO 1,5%Mo -0,5%C SINTER.</b>	NN	<i>sim</i>	<i>não</i>	<i>sim</i>	<i>sim</i>	<i>sim</i>	<i>sim</i>
	A	<i>sim</i>	<i>sim</i>	<i>sim</i>	<i>sim</i>	<i>sim</i>	<i>sim</i>
	B	<i>sim</i>	<i>sim</i>	<i>sim</i>	<i>sim</i>	<i>sim</i>	<i>sim</i>
	C	<i>sim</i>	<i>sim</i>	<i>sim</i>	<i>sim</i>	<i>sim</i>	<i>sim</i>
	D	<i>sim</i>	<i>sim</i>	<i>sim</i>	<i>não</i>	<i>não</i>	<i>sim</i>
	E	<i>sim</i>	<i>sim</i>	<i>não</i>	<i>não</i>	<i>não</i>	<i>sim</i>
<b>AÇO ASTM A 387/5 (CONV.)</b>	NN	<i>sim</i>	<i>não</i>	<i>não</i>	<i>não</i>	<i>não</i>	<i>sim</i>
	A	<i>sim</i>	<i>sim</i>	<i>não</i>	<i>não</i>	<i>não</i>	<i>sim</i>
	B	<i>sim</i>	<i>sim</i>	<i>não</i>	<i>não</i>	<i>não</i>	<i>sim</i>
	C	<i>sim</i>	<i>sim</i>	<i>não</i>	<i>não</i>	<i>não</i>	<i>sim</i>
	90N <sub>2</sub> /10H <sub>2</sub>	<i>sim</i>	<i>sim</i>	<i>não</i>	<i>não</i>	<i>não</i>	<i>sim</i>

## CAPÍTULO 4

### RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 4.1 - MICROESTRUTURAS DOS MATERIAIS ESTUDADOS

##### 4.1.1. Ferro Puro Sinterizado

A densidade deste material ficou em  $(7,11 \pm 0,10)$  g/cm<sup>3</sup> nos espécimes Charpy e  $(7,16 \pm 0,04)$  g/cm<sup>3</sup> nos do tipo “cotonete”. A porosidade residual, portanto, é inferior a 10%.

Os poros apresentam formas e tamanhos bastante diversificados, com contornos arredondados e desprovidos de cantos vivos, ficando seu diâmetro médio na faixa de  $(37 \pm 4)$   $\mu\text{m}$  (Fig. 4.1 (a)). A microestrutura metálica básica é monofásica ferrítica, com tamanho de grão médio de  $(51 \pm 8)$   $\mu\text{m}$  (Fig. 4.1 (b)). Nas amostras nitretadas, tal microestrutura permitiu uma observação nítida das faixas superficiais de nitretos depositados e precipitados.

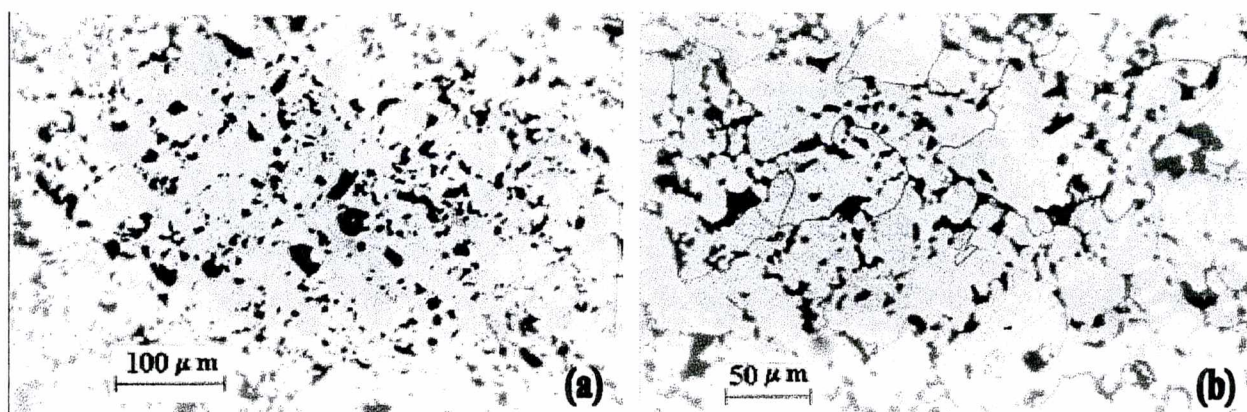
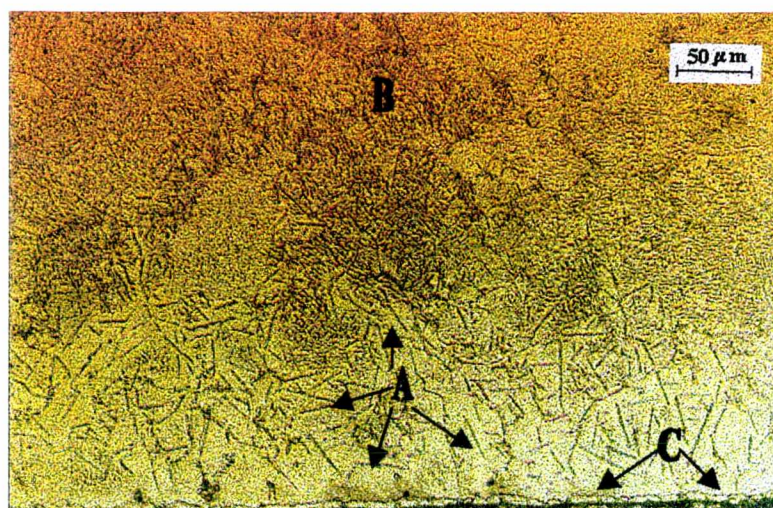


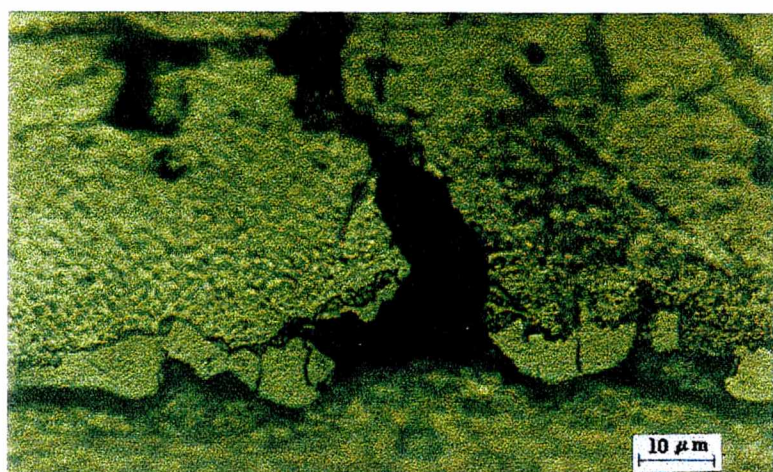
FIG. 4.1 – Microestrutura do ferro puro sinterizado (a) sem ataque; (b) atacada com Nital 2%.

A Fig. 4.2 apresenta uma visão da camada nitretada produzida pela mistura A (5% N<sub>2</sub>). A zona compósita (= camada “branca”) é muito fina (de 2 a 5  $\mu\text{m}$  em sua maior parte), descontínua em alguns pontos e não recobrindo os poros superficiais, exceto os muito pequenos (Fig. 4.3). A análise desta camada por difratografia de raios X acusou exclusivamente a presença do nitreto  $\gamma'$  (Fe<sub>4</sub>N), como indica o respectivo espectro (Fig.4.4), onde também são visíveis as raia da fase  $\alpha$  (ferrita) subjacente, em razão da pequena espessura da camada de nitreto. Abaixo desta, a zona de difusão apresenta dois tipos de precipitados: até cerca de 200  $\mu\text{m}$  predominam precipitados grosseiros, em forma de agulha (plaquetas finas, em três dimensões), típica do nitreto  $\gamma'$ , com comprimentos em sua maioria na faixa de 30 a 40  $\mu\text{m}$  (a distribuição global de comprimentos é, contudo, bastante ampla, indo de menos de 10  $\mu\text{m}$  a mais de 70  $\mu\text{m}$ ); até pouco mais de 400  $\mu\text{m}$  aparecem precipitados finos, em forma de bastonetes (de comprimento sempre inferior a 10  $\mu\text{m}$ , a maioria menor do que 5  $\mu\text{m}$ ), típica do nitreto tetragonal  $\alpha''$ , Fe<sub>16</sub>N<sub>2</sub> (Fig. 4.5 e Tabela 4.1, pág. 61).

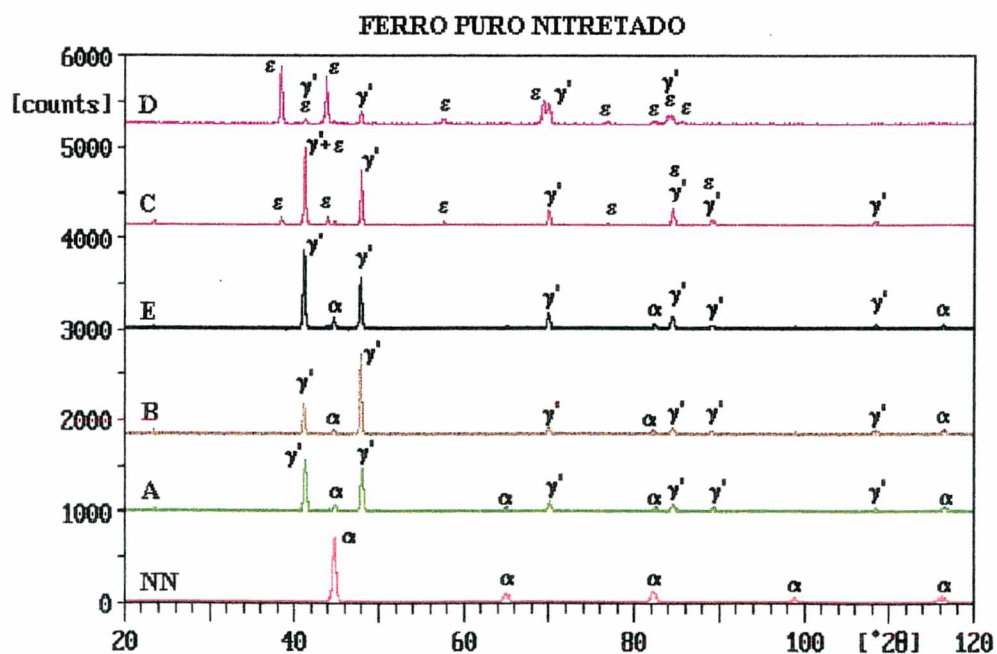




**FIG. 4.2** – Microestrutura do ferro nitretado com a mistura gasosa A: vista panorâmica. C = camada de compostos; A = precipitados aciculares; B = precipitados em forma de bastonetes. Ataque: Nital 2%.



**FIG. 4.3** - Ferro nitretado com o gás A: detalhe da camada de compostos, interrompida por um poro. Ataque: Nital 2%.



**FIG. 4.4** – Espectros de difração de raios X da superfície do ferro sinterizado, não nitretado (NN) ou nitretado com as diversas misturas gasosas investigadas (A, B, C, D e E).



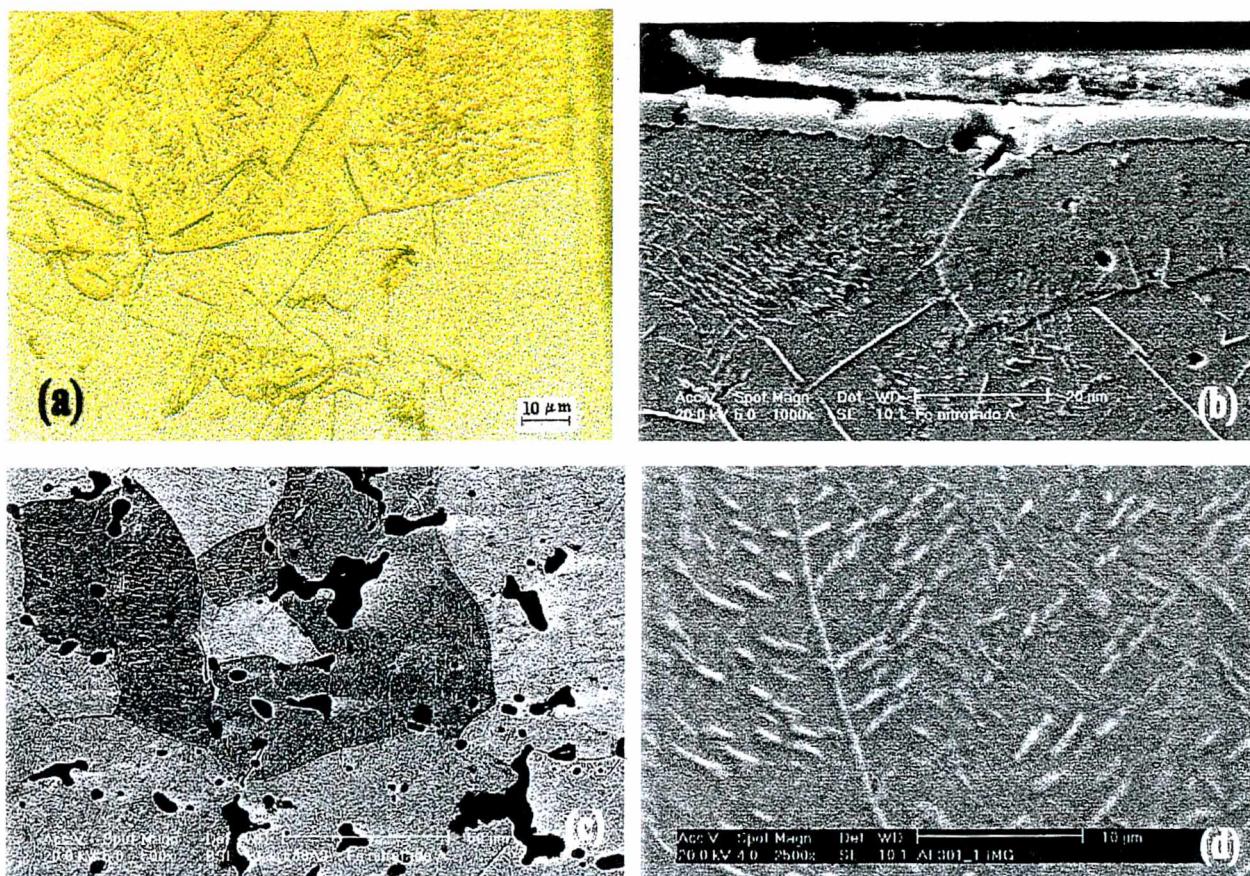


FIG. 4.5 – Aspectos do ferro nitretado com o gás A: (a), (b) camada compósita e zona de difusão vizinha, com contornos de grão e precipitados (agulhas e bastonetes); (c) grãos com bastonetes (cerca de 400  $\mu\text{m}$  de profundidade); (d) bastonetes (cerca de 250  $\mu\text{m}$  de profundidade).

Ataque: Nital 2%.

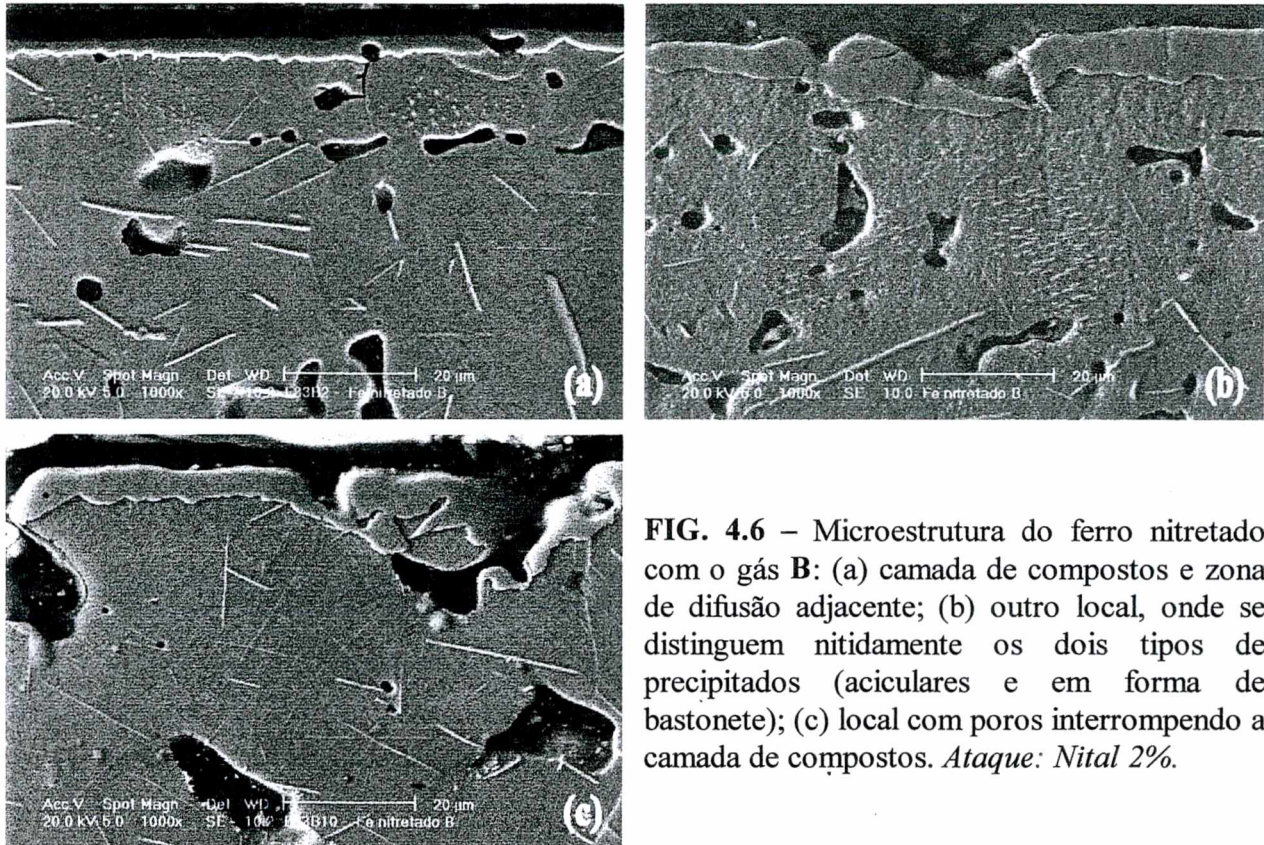
A mistura B (25%  $\text{N}_2$ ) resultou numa camada de compostos mais espessa (4 a 9  $\mu\text{m}$  em sua maior extensão), interrompida apenas por poros de abertura ou profundidade maior que a espessura da mesma, e tendendo a envolver os poros menores (Fig. 4.6). Segundo a análise difratográfica, esta camada compõe-se apenas do nitreto  $\gamma'$  ( $\text{Fe}_4\text{N}$ ) (Fig. 4.4); picos da ferrita ( $\alpha$ ) subjacente também são discerníveis, mas com menor intensidade do que no caso anterior. A zona de difusão exibe aspecto semelhante ao da produzida pela mistura A (Figuras 4.7 e 4.8), mas é sensivelmente mais espessa, com precipitados aciculares grosseiros visíveis até perto de 300  $\mu\text{m}$  e precipitados finos até mais de 500  $\mu\text{m}$ .

A mistura C, carbonitretante (75%  $\text{N}_2$  + 1,25%  $\text{CH}_4$ ) produziu uma camada de compostos consideravelmente mais grossa do que as anteriores, contínua e com espessuras variando de 10 a mais de 30  $\mu\text{m}$ , revestindo inteiramente os poros superficiais e estendendo-se inclusive pela superfície interna de poros subsuperficiais, até profundidades de 150  $\mu\text{m}$  ou mais (Fig. 4.9).

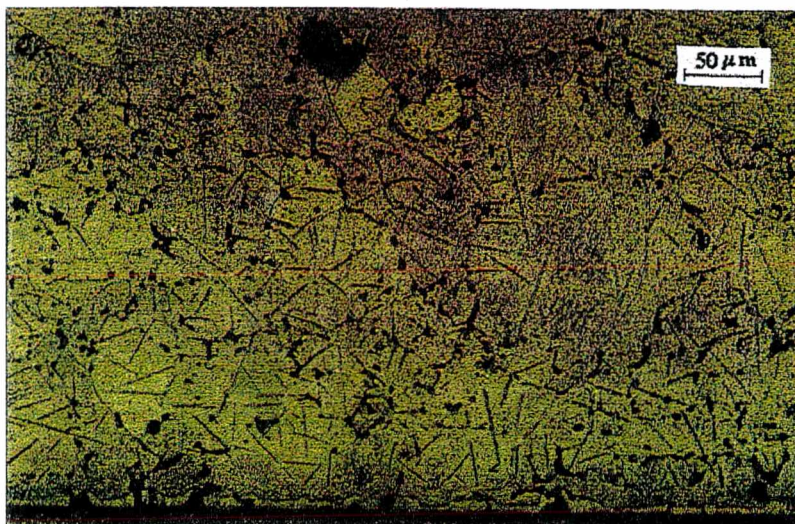
A análise difratográfica revelou que esta camada mais superficial se compõe essencialmente do (carbo)nitreto  $\epsilon$  ( $\text{Fe}_{2-3}(\text{C},\text{N})$ ) e do nitreto  $\gamma'$  ( $\text{Fe}_4\text{N}$ ) (Fig. 4.4). Ataques micrográficos especiais, efetuados separadamente com os reativos descritos no Capítulo 3 (Nital modificado com HCl e picral), foram empregados para revelar com maior detalhe a estrutura desta camada. Visto que o nitreto  $\gamma'$  é atacado preferencialmente por tais reativos, ao passo que a fase  $\epsilon$  permanece quase intacta (Mridha & Jack, 1982a; Somers *et al.*, 1990), o exame da camada



de compostos assim atacada revela que a maior parte da mesma é constituída por duas faixas, a mais externa com predomínio do carbonitreto  $\epsilon$ , e a mais interna, adjacente à zona de difusão, com predomínio do nitreto  $\gamma'$  (Figuras 4.10 e 4.11). Outros autores relatam resultados similares (Colijn *et al.*, 1983; Rozendaal *et al.*, 1985; Lampe *et al.*, 1993). Por outro lado, a camada que reveste as paredes dos poros subsuperficiais é muito pouco atacada (Fig. 4.12); assim, é provável que o seu constituinte principal seja o carbonitreto  $\epsilon$ .



**FIG. 4.6** – Microestrutura do ferro nitretado com o gás B: (a) camada de compostos e zona de difusão adjacente; (b) outro local, onde se distinguem nitidamente os dois tipos de precipitados (aciculares e em forma de bastonete); (c) local com poros interrompendo a camada de compostos. *Ataque: Nital 2%.*



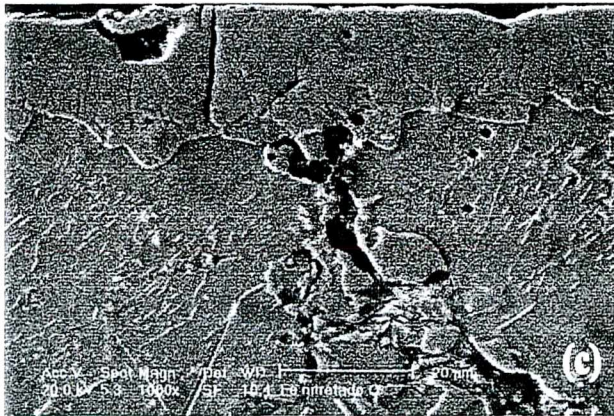
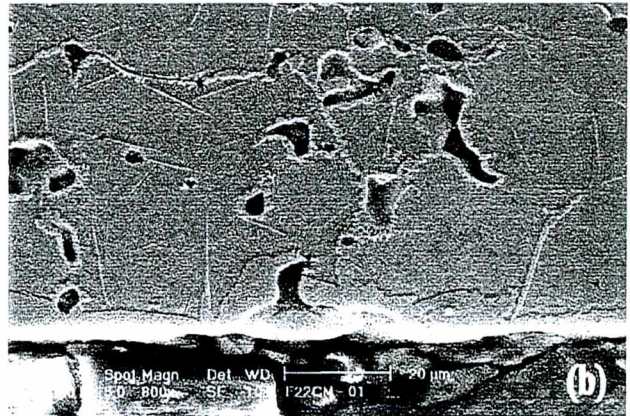
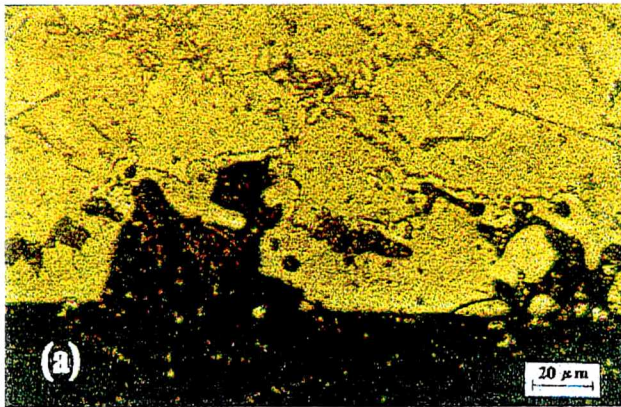
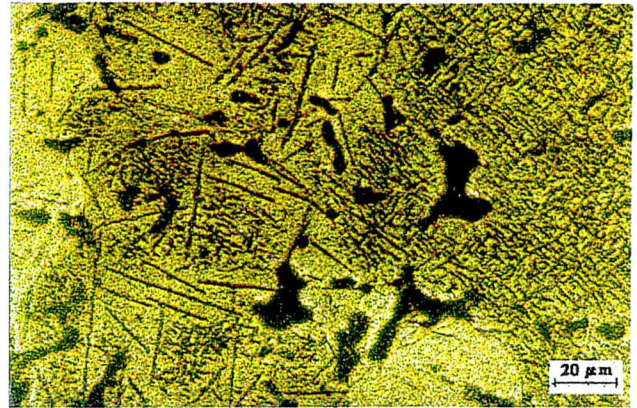
**FIG. 4.7** – Microestrutura do ferro nitretado com o gás B: aspecto panorâmico da camada nitretada (camada de compostos e zona de difusão).

*Ataque: Nital 2%.*



**FIG. 4.8** – Ferro nitretado com o gás B; detalhe da zona de difusão a cerca de 300  $\mu\text{m}$  de profundidade (superfície à esquerda), na transição da faixa com predominância de precipitados aciculares para a região, mais profunda, em que ocorrem exclusivamente precipitados em forma de bastonetes.

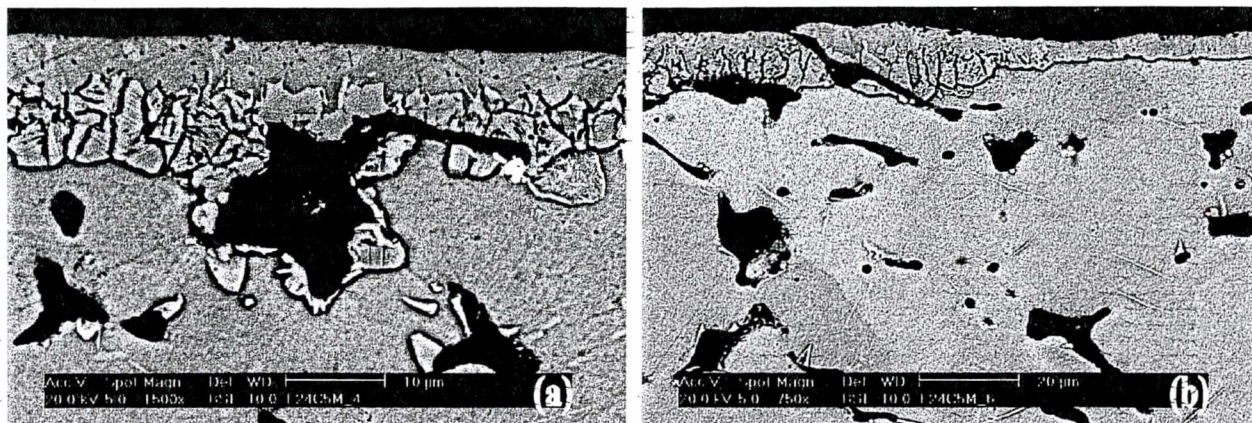
*Ataque: Nital 2%.*



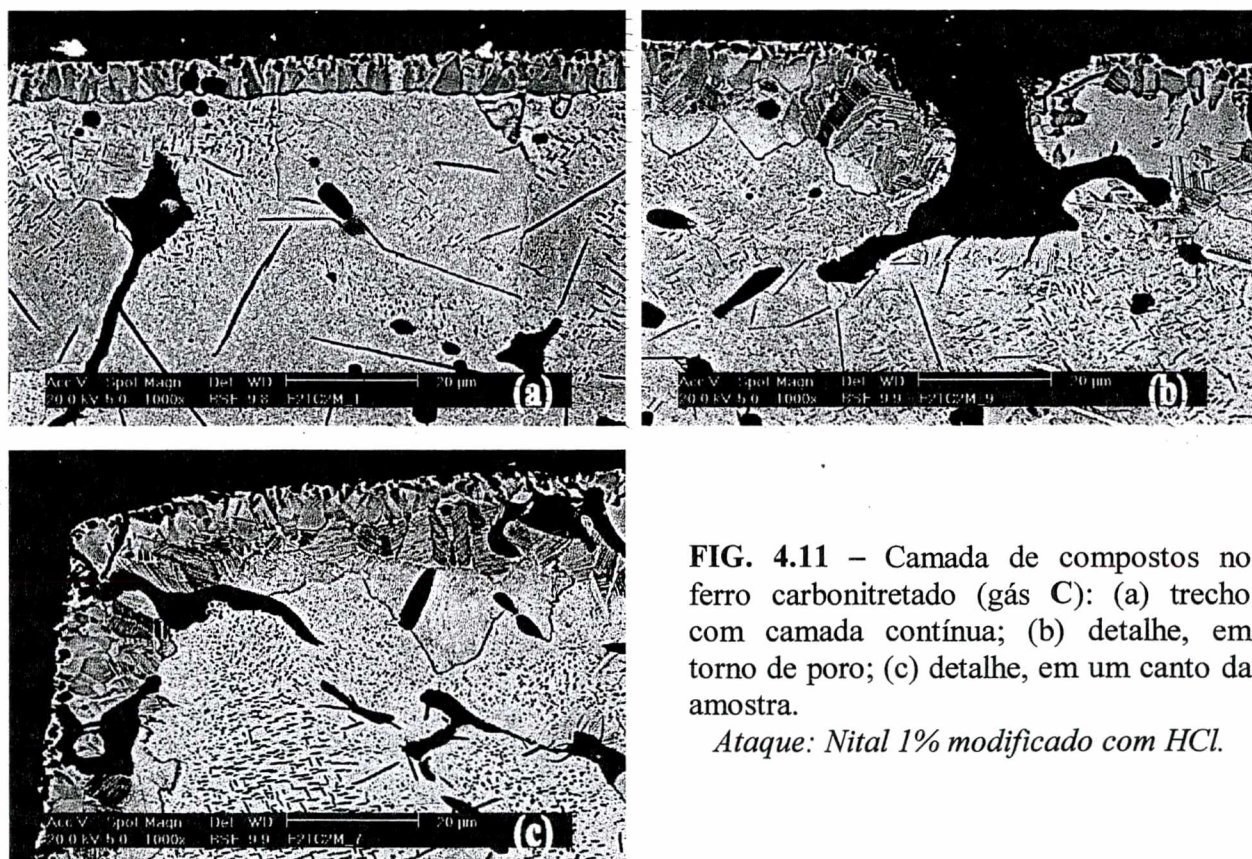
**FIG. 4.9** – Microestrutura do ferro carbonitretado com o gás C, com detalhes da camada de compostos: (a) envolvendo totalmente poros superficiais; (b) revestindo internamente poros subsuperficiais e envolvendo contornos de grão; (c) e (d) trechos de grande espessura, com fechamento dos poros superficiais e intensa penetração nos subsuperficiais. *Ataque: Nital 2%.*

A zona de difusão produzida pela mistura C apresenta os mesmos tipos de precipitados que os produzidos pelas misturas anteriores, e com uma distribuição similar, porém atingindo profundidades maiores: precipitados aciculares grosseiros são visíveis até cerca de 500  $\mu\text{m}$  e bastonetes até profundidades da ordem de 800  $\mu\text{m}$  ou mais (Fig. 4.13 e Tabela 4.1).





**FIG. 4.10** – Camada de compostos no ferro carbonitretado (gás C), distinguindo-se a faixa mais externa de nitreto  $\epsilon$  (pouco atacado) e a faixa interna de nitreto  $\gamma'$ : (a) detalhe, em torno de poro; (b) trecho com faixas de espessura não uniforme. Ataque: *picral*.



**FIG. 4.11** – Camada de compostos no ferro carbonitretado (gás C): (a) trecho com camada contínua; (b) detalhe, em torno de poro; (c) detalhe, em um canto da amostra.

Ataque: *Nital 1% modificado com HCl*.

A mistura carbonitretante D, mais rica em carbono ( $75\% \text{N}_2 + 2,5\% \text{CH}_4$ ), produziu no ferro puro uma camada nitretada muito semelhante à do gás C, porém com indícios de uma carbonitretação mais intensa: a camada de compostos, de espessura comparável à da mistura anterior, apresenta-se contudo mais maciça, recobrendo todos os poros superficiais com camadas espessas que envolvem também os contornos dos grãos adjacentes à superfície, com frequência e intensidade nitidamente maiores do que o gás C (Fig. 4.14). Também o revestimento interno dos



poros subsuperficiais mostra-se mais espesso, e atinge profundidades maiores do que com a mistura anterior. Os precipitados da zona de difusão parecem atingir também profundidades algo maiores do que no caso anterior, conforme refere a Tabela 4.1.

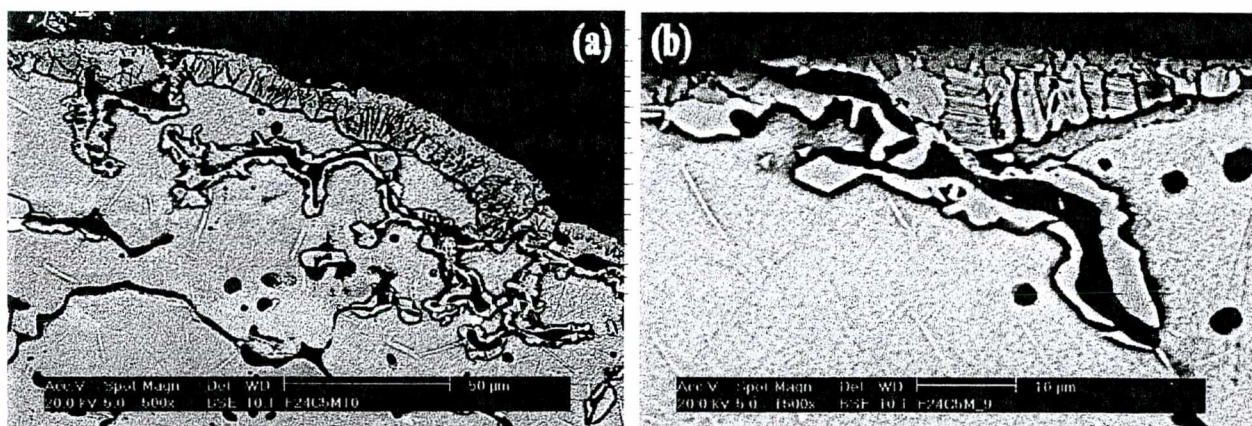


FIG. 4.12 – Camada de compostos na superfície e em torno de poros subsuperficiais no ferro carbonitretado (gás C): (a) em um canto da amostra; (b) revestindo as paredes de um poro: a ausência de ataque neste local sugere tratar-se do (carbo)nitreto  $\epsilon$ . Ataque: *picral*.

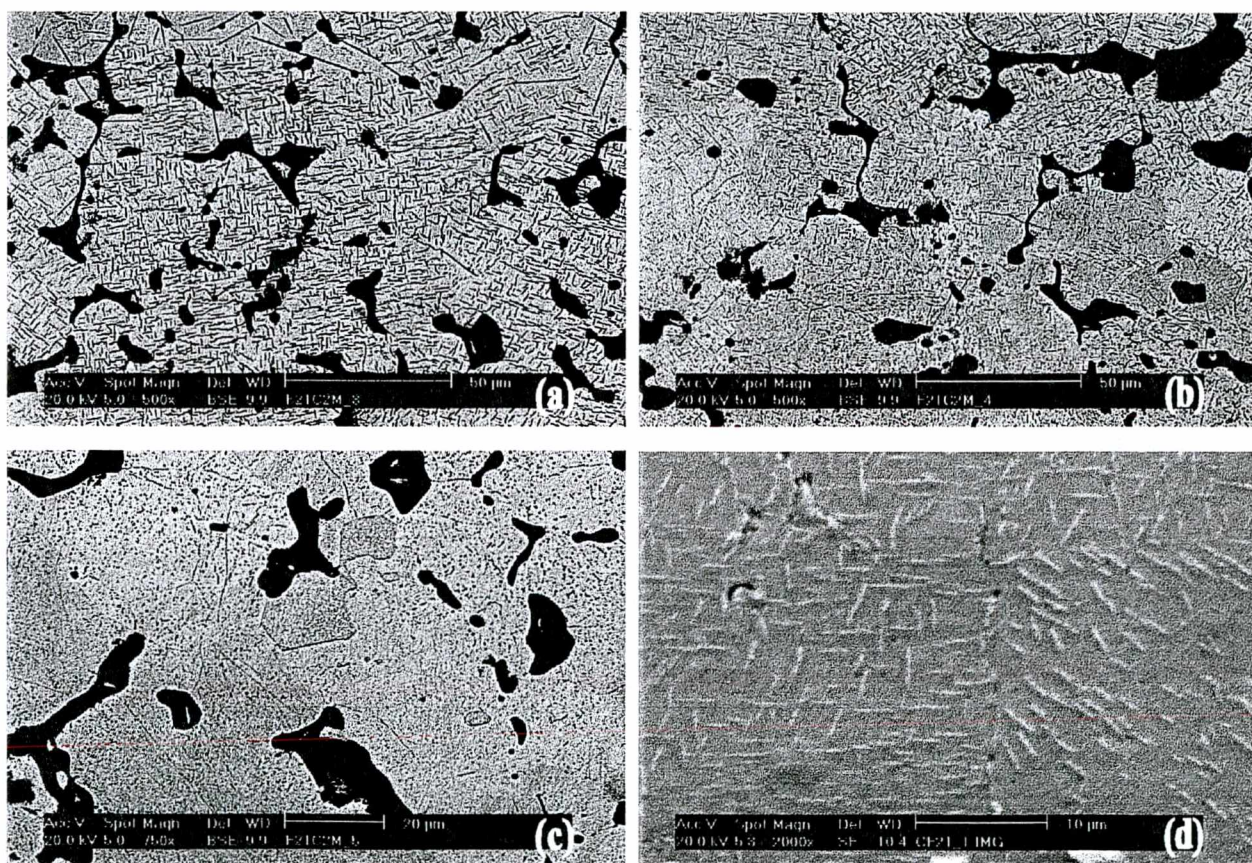
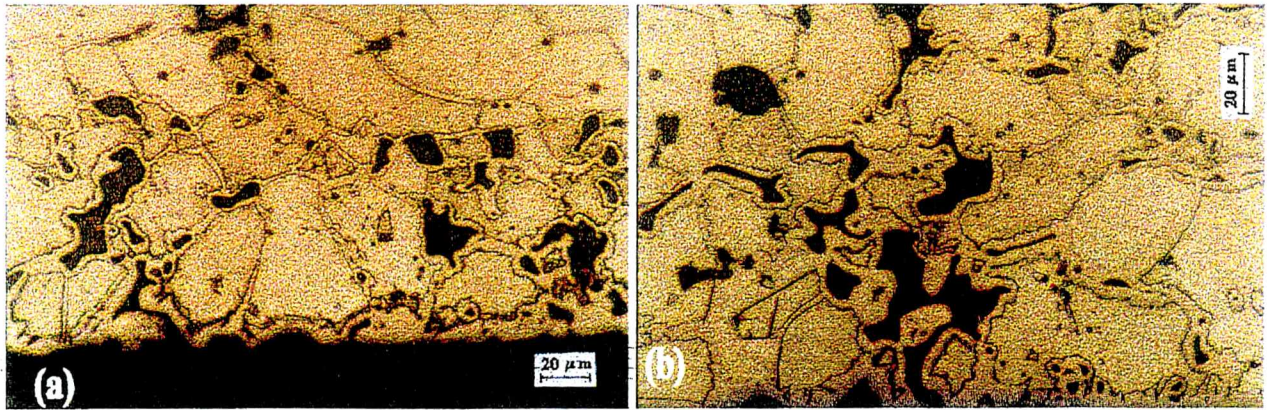


FIG. 4.13 – Zona de difusão do ferro carbonitretado (gás C): (a) a cerca de 400 µm de profundidade; (b) a 600 µm; (c) a 800 µm; (d) bastonetes em torno do ponto de encontro de três grãos, aproximadamente 500 µm abaixo da superfície. Ataque: Nital modificado em (a), (b) e (c); Nital 2% em (d).



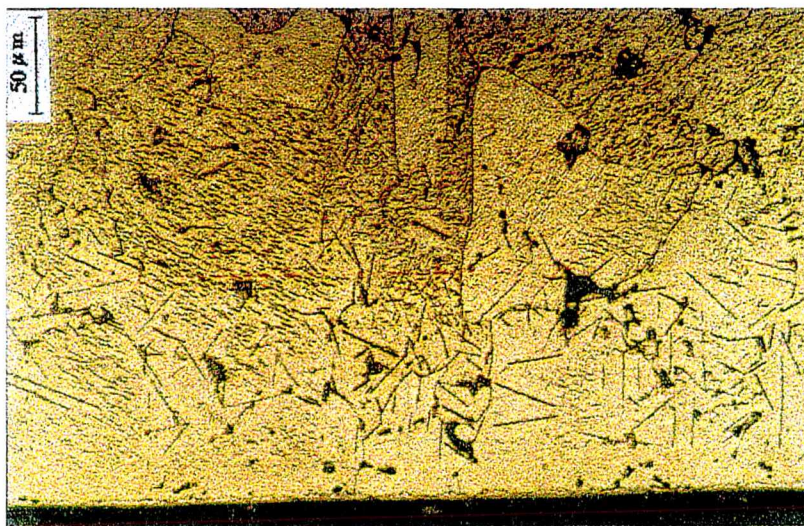


**FIG. 4.14** – Microestrutura do ferro carbonitretado com a mistura **D** (2,5% CH<sub>4</sub>): (a) camada de compostos e zona de difusão adjacente; (b) zona de difusão junto à superfície, com intensa penetração da camada de compostos nos poros internos e nos contornos de grão.

*Ataque: Nital 2%.*

O espectro de raios X da camada superficial acusa apenas a presença dos (carbo)nitretos  $\epsilon$  ( $\text{Fe}_{2-3}(\text{C},\text{N})$ ) e  $\gamma'$  (Fig. 4.4), com maior intensidade dos picos da fase  $\epsilon$  e menor intensidade dos da fase  $\gamma'$  do que no caso da mistura **C**. Não foram detectados indícios significativos de outras fases do sistema Fe-N-C.

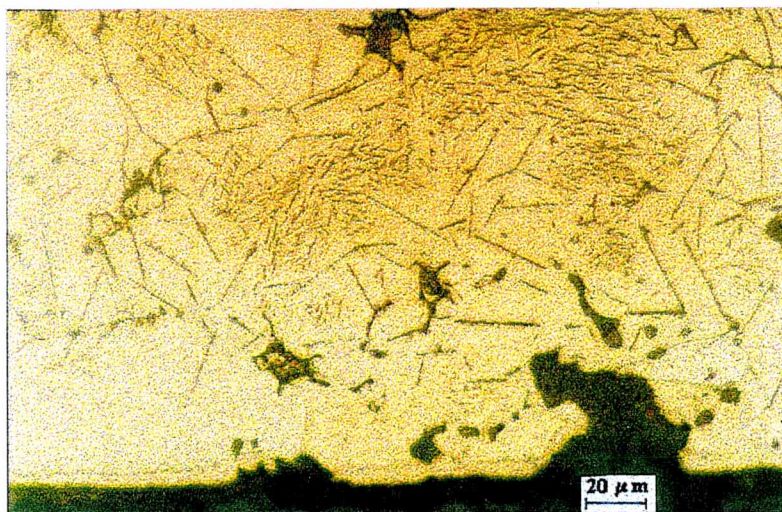
Finalmente, a mistura gasosa **E** (75% N<sub>2</sub> e o restante de H<sub>2</sub>, sem adição de carbono) forneceu no ferro puro uma microestrutura que não se distingue, sob qualquer aspecto essencial, daquela produzida pela mistura **B** (Figuras 4.15, 4.16 e 4.17 e Tabela 4.1). Na camada de compostos a análise difratográfica revela a presença apenas do nitreto  $\gamma'$ , sem qualquer indício claro da fase  $\epsilon$  ou de outras fases além da ferrita ( $\alpha$ ) subjacente. Ocorre, portanto, um forte contraste com as microestruturas ocasionadas pelas misturas carbonitretantes, tanto na espessura, configuração e composição da camada de compostos como na profundidade de precipitação, evidenciando o efeito significativo de adições relativamente pequenas de carbono no gás de nitretação.



**FIG. 4.15** – Microestrutura do ferro nitretado com a mistura gasosa **E**: vista panorâmica da camada nitretada.

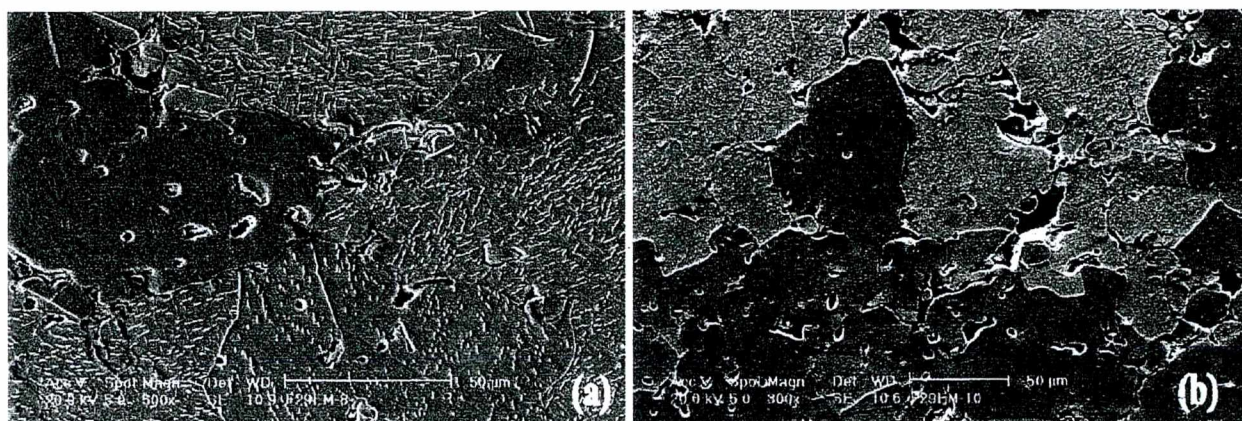
*Ataque: Nital 2%.*





**FIG. 4.16** – Ferro nitretado com o gás E: camada de compostos interrompida por poros, e zona de difusão vizinha.

*Ataque: Nital 2%.*



**FIG. 4.17** – Zona de difusão no ferro nitretado com o gás E: (a) em torno de 250 μm de profundidade; (b) a cerca de 450 μm de profundidade. *Ataque: Nital 2%.*

**TABELA 4.1** – Dados de Espessura da Camada Nitretada no Ferro Puro Sinterizado

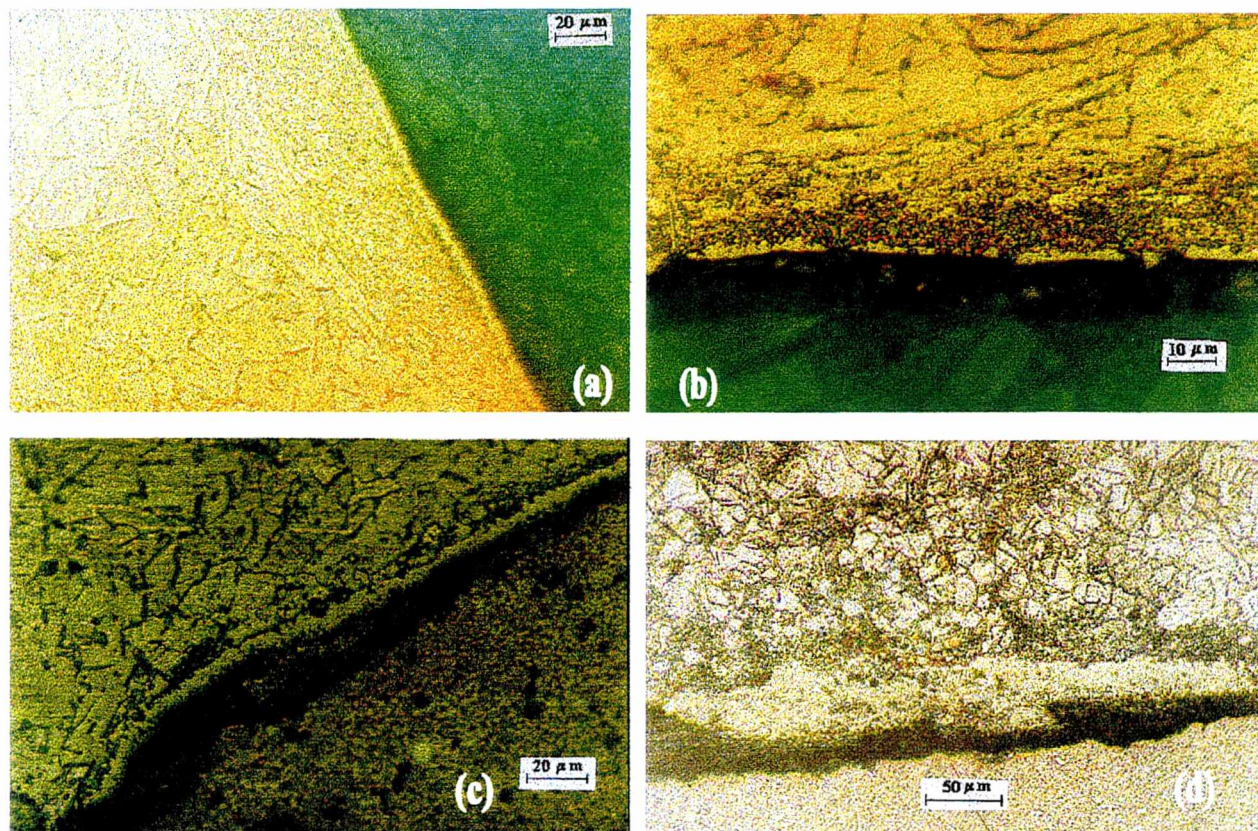
MISTURA GASOSA	Camada de Compostos (μm)		Z. D. com Poros Revestidos de Compostos (μm)		Zona de Difusão com Precipitados Aciculares (μm)		Zona de Difusão com Ppt. Tipo Bastonete (μm)	
	Média ± σ	Máx.	Média ± σ	Máx.	Média ± σ	Máx.	Média ± σ	Máx.
A	4,3 ± 1,7	8,2	-	-	195 ± 48	295	435 ± 51	550
B	7,0 ± 3,0	11,9	-	-	288 ± 60	360	496 ± 78	625
C	15,9 ± 6,0	34,8	155 ± 21	186	401 ± 89	535	702 ± 122	900
D	14,7 ± 5,6	40,0	238 ± 57	325	472 ± 62	565	750 ± 144	910
E	6,3 ± 1,5	9,0	-	-	306 ± 53	377	504 ± 72	650

*Obs.: Z. D. = Zona de Difusão; σ = desvio-padrão amostral.*

Os exames micrográficos também mostraram ser satisfatória a nitretabilidade dos entalhes dos corpos de prova Charpy. Observa-se que os poros do material adjacente ao entalhe estão fechados até profundidades de algumas dezenas de microns, devido à compressão causada pela operação de fresagem que produziu o entalhe. Isto não obstante, a nitretação produz ali as



mesmas características microestruturais que fora do entalhe, apenas com uma zona de difusão um pouco menos profunda, devido provavelmente à virtual ausência de porosidade aberta no local. A Fig. 4.18 apresenta microestruturas de camada nitretada obtidas em entalhes de espécimes Charpy de ferro nitretado com diferentes misturas gasosas.



**FIG. 4.18** – Camada nitretada no entalhe de CP Charpy de ferro nitretado com diferentes misturas gasosas: (a) mistura A, secção transversal ao entalhe; (b) mistura A, secção contendo o fundo do entalhe; (c) mistura B, secção transversal ao entalhe, em local vizinho ao fundo do mesmo; (d) mistura C, secção contendo o fundo do entalhe. *Ataque: Nital 2%*.

Os perfis de microdureza determinados no ferro nitretado estão apresentados na Fig. 4.19. Observa-se um endurecimento significativo apenas na profundidade correspondente aproximadamente à camada compósita, com um rápido decréscimo nos primeiros 10 a 30 μm, seguido de uma suave redução em direção ao valor do material-base não nitretado,  $(101 \pm 8)$  HV 0,025. Tais resultados não fornecem qualquer indício da profundidade da zona de difusão. Provavelmente o tamanho relativamente grande dos precipitados presentes nesta zona, aliado à presença dos poros, não permite um efeito significativo de endurecimento local.

É interessante notar a semelhança entre os perfis produzidos pelas misturas gasosas A, B e E, por um lado, e pelas misturas C e D, por outro, a qual é prontamente relacionável com as correspondentes espessuras da camada de compostos. Na zona de difusão, por outro lado, não há praticamente diferença alguma entre os perfis produzidos pelas diferentes misturas.



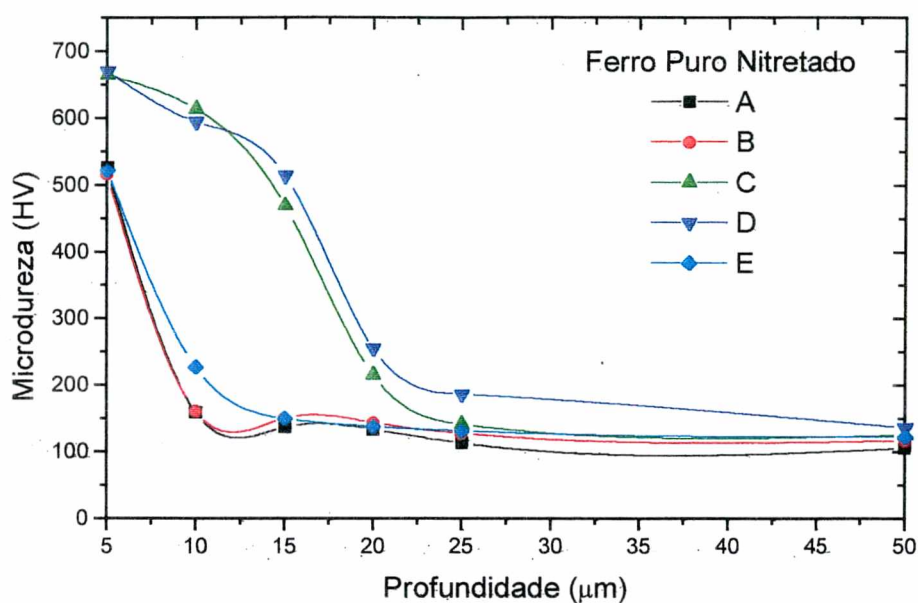


FIG. 4.19 – Perfis de microdureza do ferro nitretado.

#### 4.1.2 – Liga Fe-1,5%Mo Sinterizada

Este material possui também matriz metálica monofásica ferrítica (Fig. 4.20), com características morfológicas de granulação e porosidade basicamente similares às apresentadas pelo ferro puro. A densidade medida foi de  $(6,88 \pm 0,04) \text{ g/cm}^3$  (portanto, cerca de 12,6% de porosidade residual). Pela análise de amostras impregnadas com resina encontrou-se um tamanho médio de grão de  $(50 \pm 4) \mu\text{m}$  e um diâmetro médio de poro de  $(39 \pm 4) \mu\text{m}$ .

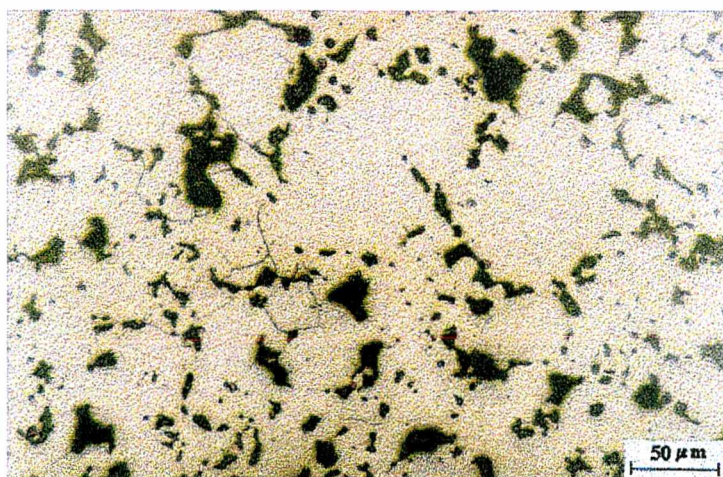


FIG. 4.20 – Microestrutura da liga Fe-1,5%Mo tal como sinterizada.  
Ataque: Nital 2%.

As camadas nitretadas obtidas nesta liga apresentam algumas diferenças significativas com relação ao ferro puro nitretado nas mesmas condições. Em primeiro lugar, as camadas de compostos são muito menos uniformes do que no ferro, exibindo numerosas projeções aciculares para dentro do material adjacente, algumas atingindo até  $70 \mu\text{m}$ . Este fenômeno, observado com

todas as misturas gasosas, foi também reportado por Pinasco e colaboradores (1995), que estudaram a nitretação gasosa convencional e por plasma desta liga; reflete, provavelmente, a tendência da camada de compostos a crescer preferencialmente ao longo de determinados planos e direções cristalográficas na rede da ferrita contendo molibdênio em solução.

Outra diferença importante encontra-se na zona de difusão, onde aparecem precipitados quase exclusivamente com forma acicular; “bastonetes” estão ausentes ou restritos a “ilhas” localizadas no fundo da faixa em que ocorrem os precipitados aciculares. Estes, em contraste com os do ferro nitretado – cuja distribuição de tamanhos aparentemente independe da profundidade em que se encontram – apresentam-se maiores (com comprimento tipicamente entre 30 e 40  $\mu\text{m}$ , mas podendo atingir 75  $\mu\text{m}$ ) e mais esparsos junto à superfície, tornando-se progressivamente menores e menos espaçados com o aumento de profundidade, de modo que por vezes torna-se difícil distingui-los das colônias de “bastonetes” eventualmente presentes.

Segundo Jack (1975), o molibdênio em solução na ferrita diminui o coeficiente de atividade do nitrogênio dissolvido, aumentando a solubilidade do mesmo e também o raio crítico para a nucleação de nitretos. Como consequência, a nucleação é mais lenta e o tamanho dos precipitados tende a ser maior do que no ferro puro. Isto poderia explicar a diferente morfologia dos precipitados observados nesta liga em comparação com os do ferro puro.

Diversos autores que investigaram a nitretação por plasma da liga Fe-1,5Mo (Pradelli *et al.*, 1992; Molinari *et al.*, 1995; Pinasco *et al.*, 1995), reportam que tais precipitados são constituídos essencialmente de nitretos de ferro, sem acréscimo significativo de molibdênio. Pinasco e colaboradores, que empregaram tempos ( $\geq 8$  horas) e temperaturas (590°C) maiores do que os aqui investigados, relatam ter encontrado, abaixo da faixa de precipitados aciculares grosseiros (que eles identificam como a fase  $\gamma'$ ) uma abundância de precipitados finos, com morfologia idêntica à dos aqui chamados “bastonetes”, e que eles identificam como o nitreto  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$ .

A Tabela 4.2 resume resultados quantitativos referentes às camadas nitretadas nesta liga. Dada a escassez de precipitados em forma de bastonete, quando presentes estes foram contados juntamente com os aciculares para fins de determinação da espessura da zona de difusão.

Cotejando-se esta tabela com a 4.1, referente ao ferro puro, nota-se que aqui a profundidade da zona de difusão (considerada como aquela em que há precipitados visíveis) é, para cada tipo de gás, menor do que a correspondente no ferro puro (com precipitados tipo “bastonete”), embora maior do que a respectiva profundidade com precipitados aciculares. Também aqui o efeito do aumento do teor de  $\text{N}_2$  sobre a espessura da zona de difusão, nas misturas isentas de carbono, parece ser ainda menos relevante do que no caso do ferro puro.

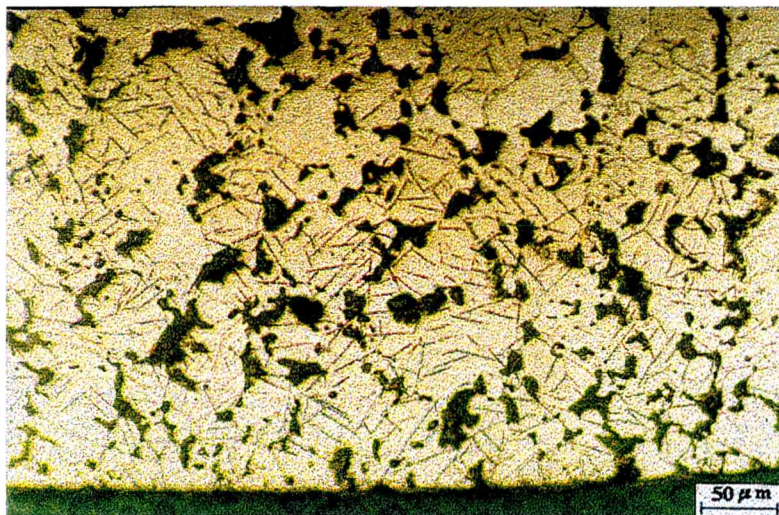
**TABELA 4.2 – Dados de Espessura da Camada Nitretada na Liga Sinterizada Fe-1,5%Mo**

MISTURA GASOSA	Camada de Compostos ( $\mu\text{m}$ )		Z. D. com Poros Revestidos de Compostos ( $\mu\text{m}$ )		Zona de Difusão com Precipitados Visíveis ( $\mu\text{m}$ )	
	Média $\pm \sigma$	Máx.	Média $\pm \sigma$	Máx.	Média $\pm \sigma$	Máx.
A	4,0 $\pm$ 3,3	10,4	-	-	314 $\pm$ 40	470
B	4,6 $\pm$ 2,2	10,4	-	-	320 $\pm$ 31	365
C	14,3 $\pm$ 4,2	22,0	172 $\pm$ 26	216	499 $\pm$ 32	550
D	15,8 $\pm$ 8,2	33,0	224 $\pm$ 38	289	584 $\pm$ 43	645
E	5,3 $\pm$ 3,0	9,9	-	-	340 $\pm$ 50	410

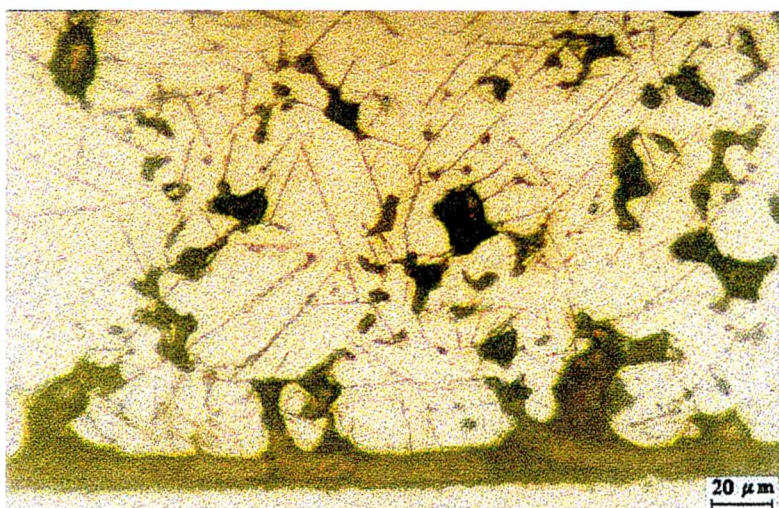
Obs.: Z. D. = Zona de Difusão;  $\sigma$  = desvio-padrão amostral.



As Figuras 4.21 e 4.22 mostram aspectos da microestrutura produzida pela mistura A. A camada de compostos é muito irregular e está ausente em alguns pontos, especialmente nas paredes de poros que afloram na superfície.



**FIG. 4.21** – Liga Fe-1,5Mo nitretada com o gás A: vista panorâmica da zona nitretada.  
*Ataque: Nital 2%.*



**FIG. 4.22** – Liga Fe-1,5Mo nitretada com o gás A: camada de compostos e zona de difusão vizinha.  
*Ataque: Nital 2%.*

A microestrutura fornecida pela mistura B (Figuras 4.23 e 4.24) possui uma camada de compostos com menos interrupções e, em geral, algo mais espessa do que a do gás A, e com maior revestimento de poros superficiais; a zona de difusão exibe aspecto semelhante.

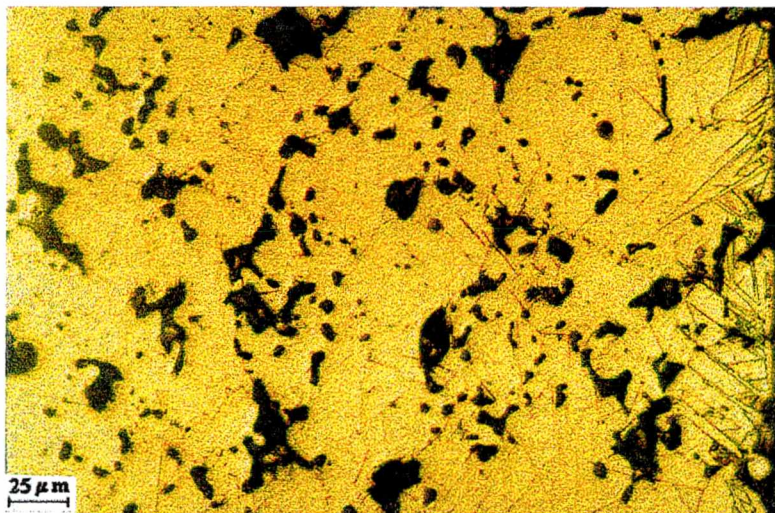
A mistura carbonitretante C origina uma zona de compostos ininterrupta, apesar das projeções aciculares, e envolvendo todos os poros superficiais, bem como poros internos – presumivelmente abertos – até profundidades da ordem de 200  $\mu\text{m}$ . A zona de difusão é mais espessa que as das misturas anteriores (cf. Tabela 4.2) e apresenta com maior frequência e nitidez colônias (isoladas) de precipitados com morfologia de bastonetes, na profundidade onde terminam os precipitados aciculares (Figuras 4.25 e 4.26).

A microestrutura produzida pelo gás carbonitretante D exibe aspectos similares aos da anterior (gás C), mas, tal como no ferro puro, com indícios de uma nitretação mais intensa: a camada de compostos parece algo mais espessa e maciça, com projeções aciculares mais

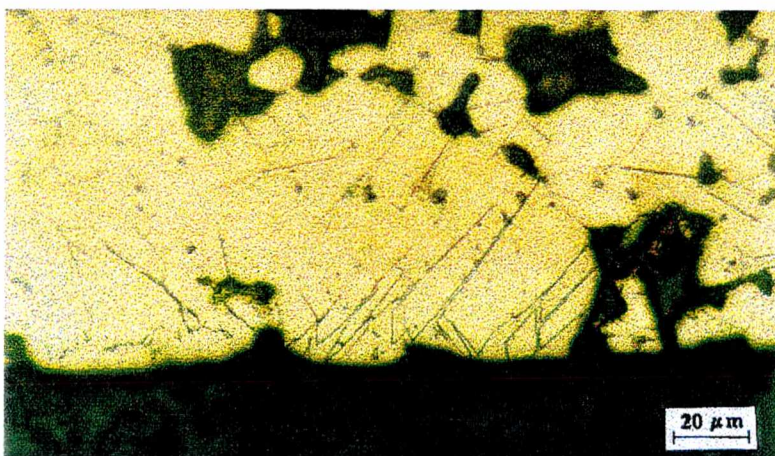


freqüentes e, em média, mais longas; o revestimento de poros subsuperficiais é mais intenso e os precipitados atingem profundidades algo maiores (Figuras 4.27 e 4.28 e Tabela 4.2).

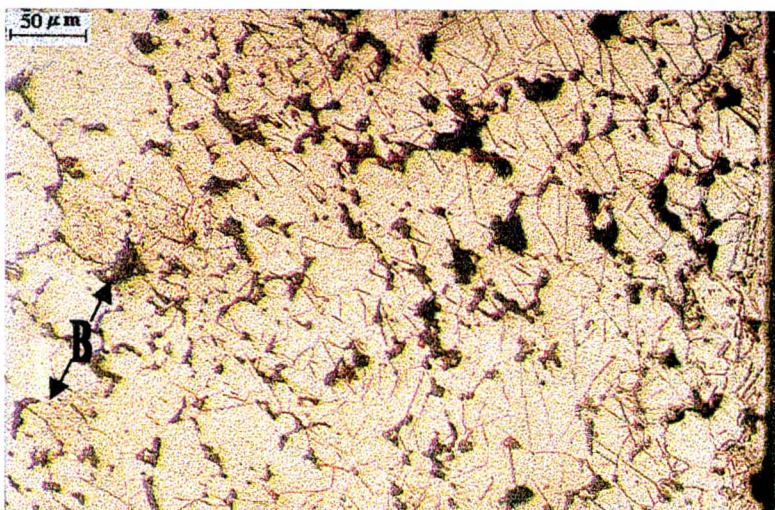
Finalmente, o tratamento com a mistura E dá origem a uma microestrutura que pouco se distingue daquela devida à nitretação com a mistura B (Figuras 4.29 e 4.30 e Tabela 4.2).



**FIG. 4.23** – Liga Fe-1,5Mo nitretada com o gás B: vista panorâmica da zona nitretada.  
*Ataque: Nital 2%.*

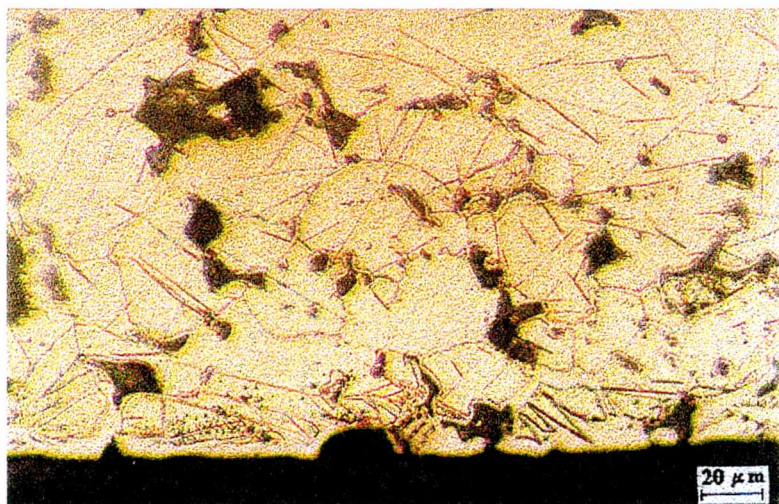


**FIG. 4.24** – Liga Fe-1,5Mo nitretada com o gás B: camada de compostos (com nítidas projeções aciculares) e zona de-difusão vizinha.  
*Ataque: Nital 2%.*



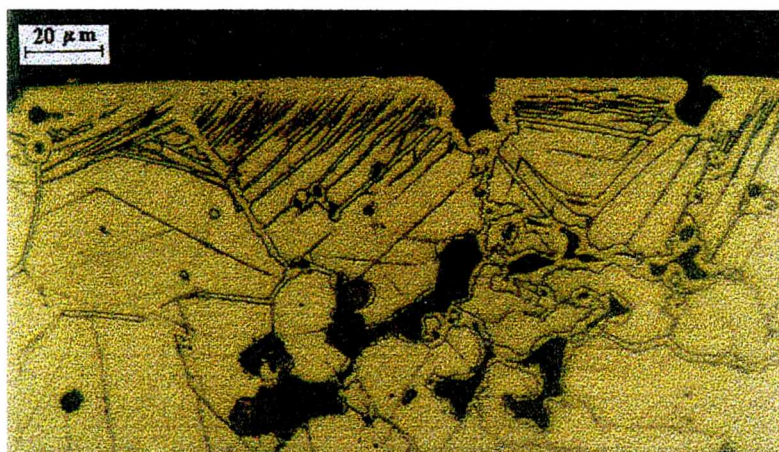
**FIG. 4.25** – Liga Fe-1,5Mo carbonitretada com o gás C: vista panorâmica da zona nitretada, com colônias isoladas de bastonetes (B).  
*Ataque: Nital 2%.*





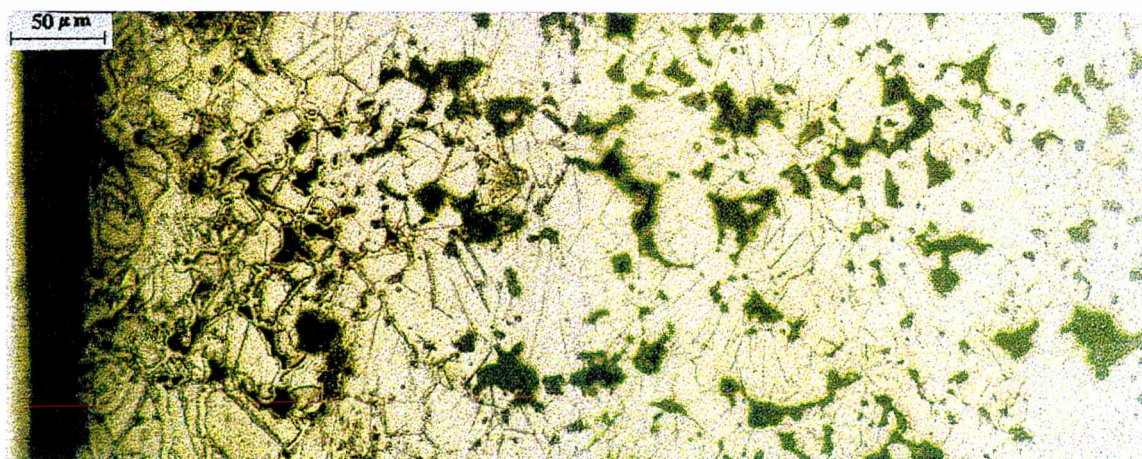
**FIG. 4.26** – Liga Fe-1,5Mo carbonitretada com o gás C: camada de compostos e zona de difusão adjacente. A orla de nitretos reveste poros superficiais e subsuperficiais.

*Ataque: Nital 2%.*



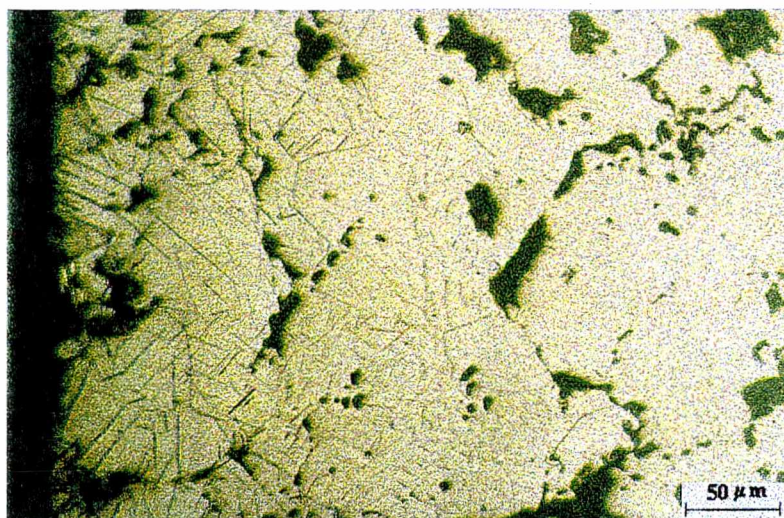
**FIG. 4.27** – Liga Fe-1,5Mo carbonitretada com o gás D: camada de compostos e zona de difusão adjacente. A orla de nitretos, com numerosas projeções aciculares, reveste poros superficiais e subsuperficiais.

*Ataque: Nital 2%.*



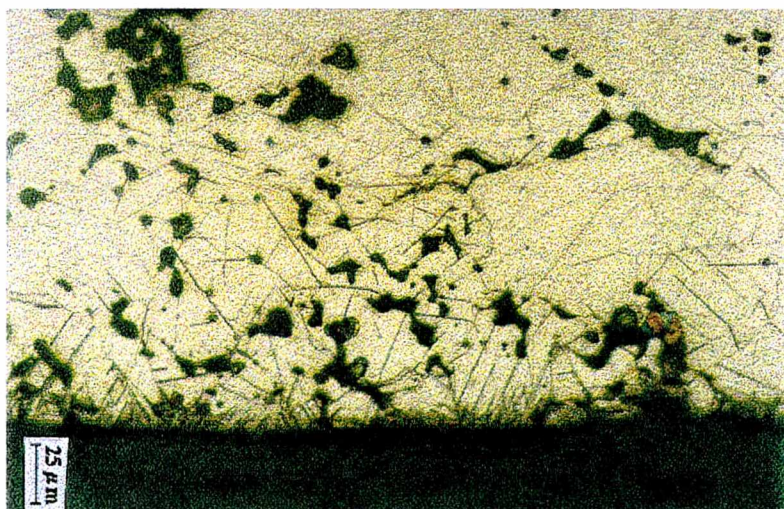
**FIG. 4.28** – Liga Fe-1,5Mo carbonitretada com o gás D: vista panorâmica da zona de difusão, com precipitados aciculares e intensa penetração da “camada branca” nos poros próximos à superfície. *Ataque: Nital 2%.*





**FIG. 4.29** – Liga Fe-1,5Mo nitretada com o gás E: vista panorâmica da zona nitretada, com precipitados aciculares.

*Ataque: Nital 2%.*



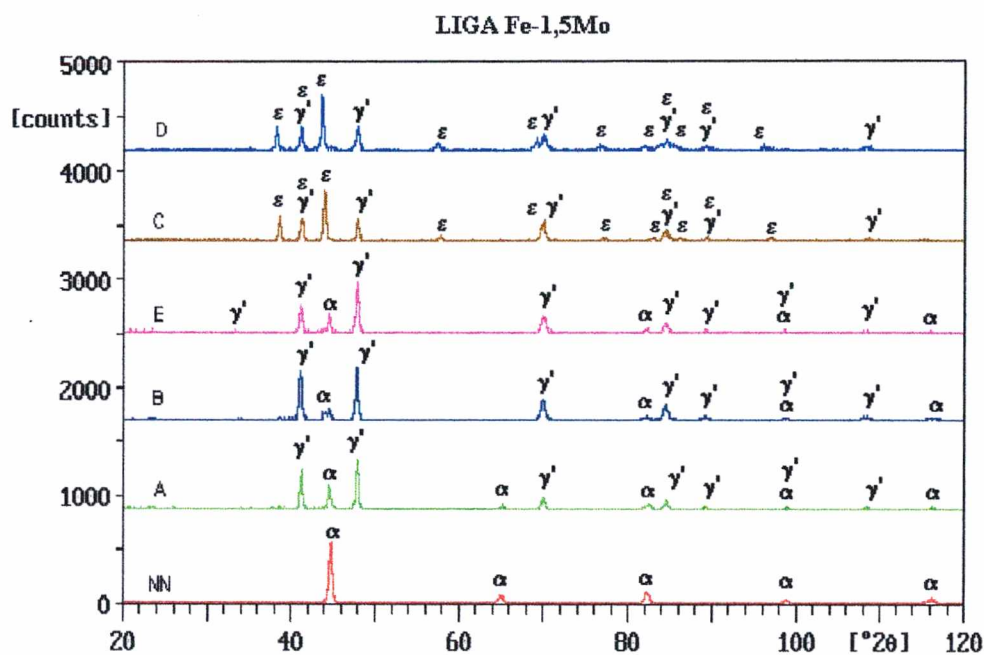
**FIG. 4.30** – Liga Fe-1,5Mo nitretada com o gás E: camada de compostos e zona de difusão adjacente.

*Ataque: Nital 2%.*

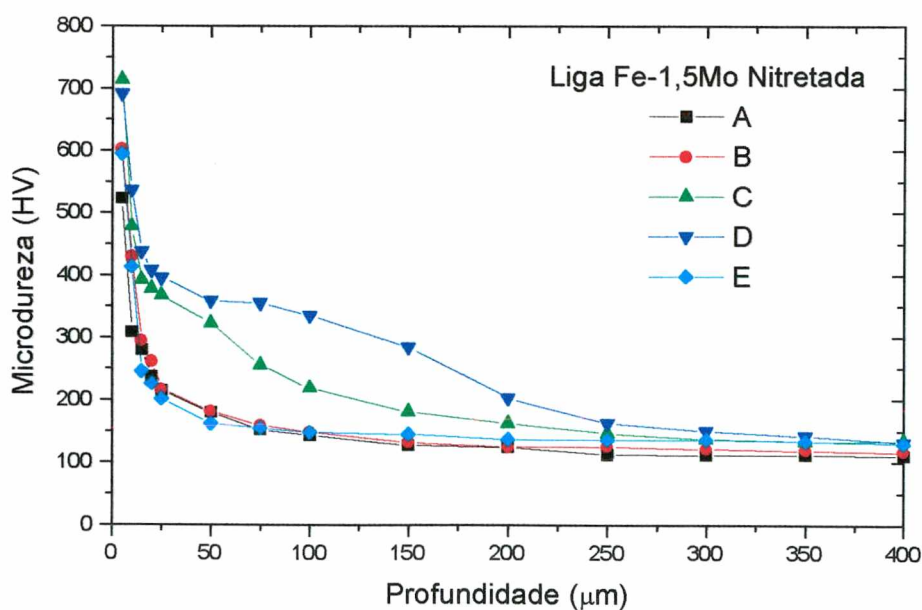
A Fig. 4.31 mostra os espectros de raios X das fases presentes na superfície da liga Fe-1,5Mo nas seis condições superficiais investigadas (inclusive a não nitretada). Em nenhuma condição foram detectados compostos de molibdênio, o que condiz com as constatações de outros investigadores (Pradelli *et al.*, 1992; Molinari *et al.*, 1995; Pinasco *et al.*, 1995). Qualitativamente os difratogramas são muito semelhantes aos do ferro puro nas mesmas condições. Enquanto a liga não nitretada exibe apenas as raia da ferrita ( $\alpha$ ), nas condições nitretadas sem adição de carbono (A, B e E) predominam as raia do nitreto  $\gamma'$ ; as raia da fase  $\alpha$ , subjacente à camada de nitretos, tornam-se relativamente mais fracas para maiores espessuras desta camada (condições B e E em comparação com a condição A). A fase  $\epsilon$  aparece somente nas condições C e D, e sempre junto com o nitreto  $\gamma'$ . Tais resultados concordam qualitativamente com os de Pinasco e colaboradores (1995).

A Fig. 4.32 apresenta os perfis de microdureza das amostras nitretadas. Aqui também cabe notar a diferença de efeito entre os gases de tratamento sem carbono (A, B, E) e com carbono (C e D): enquanto os primeiros causam um endurecimento que pouco ultrapassa a zona de compostos, o endurecimento devido aos segundos afeta dezenas de microns dentro da zona de difusão e parece atingir maiores profundidades para maior teor de carbono no gás. Tal efeito pode estar associado ao favorecimento da formação de precipitados muito finos, opticamente

indistinguíveis, de carbonitreto de molibdênio em presença do carbono nesta liga, reportado por Pradelli e co-autores (1992). A microdureza medida no material-base não nitretado é de  $(113 \pm 9)$  HV 0,025.



**FIG. 4.31** – Espectros de difração de raios X da superfície da liga Fe-1,5Mo sinterizada, não nitretada (NN) ou nitretada com as misturas gasosas investigadas (A, B, C, D ou E).



**FIG. 4.32** – Perfis de microdureza da liga Fe-1,5Mo nitretada.



#### 4.1.3 – Aço 1,5Mo-0,5C Sinterizado

O aço sinterizado apresenta uma microestrutura básica quase uniformemente bainítica (Fig. 4.33), com raros grãos isolados de ferrita, correspondendo a um teor médio de 0,5 % de carbono, determinado via análise química. Tal microestrutura, dadas as taxas de resfriamento a que os espécimes deste material foram submetidos no ciclo térmico de sinterização (Fig. 3.3), condiz com as curvas de resfriamento contínuo para este tipo de aço sinterizado publicadas na literatura (cf. Lindberg *et al.*, 1992). Se fosse atingido o equilíbrio termodinâmico – o que é duvidoso no presente caso – os diagramas C – Fe – Mo (Metals Handbook, 8ª edição, vol. 8, 1973), fariam supor que os carbonetos presentes se constituem de fases do tipo  $\text{Fe}_2\text{MoC}$  (ortorrômbica) e/ou  $\text{Fe}_{21}\text{Mo}_2\text{C}_6$  (do tipo  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ , com estrutura cfc).

O constituinte bainítico, com tamanho de grão médio de  $(29 \pm 4) \mu\text{m}$ , forma nas amostras nitretadas um entrelaçamento bastante intrincado com os depósitos e precipitados resultantes desse tratamento, dificultando a delimitação das diferentes zonas componentes da camada nitretada.

A densidade ficou em  $(7,01 \pm 0,07) \text{ g/cm}^3$  nos CP Charpy e  $(7,08 \pm 0,07) \text{ g/cm}^3$  nos CP tipo “cotonete”. A porosidade média – de cerca de 10% – mostra morfologia similar à observada no ferro e na liga Fe-1,5Mo. Mediu-se um diâmetro médio de poro de  $(34 \pm 5) \mu\text{m}$ .

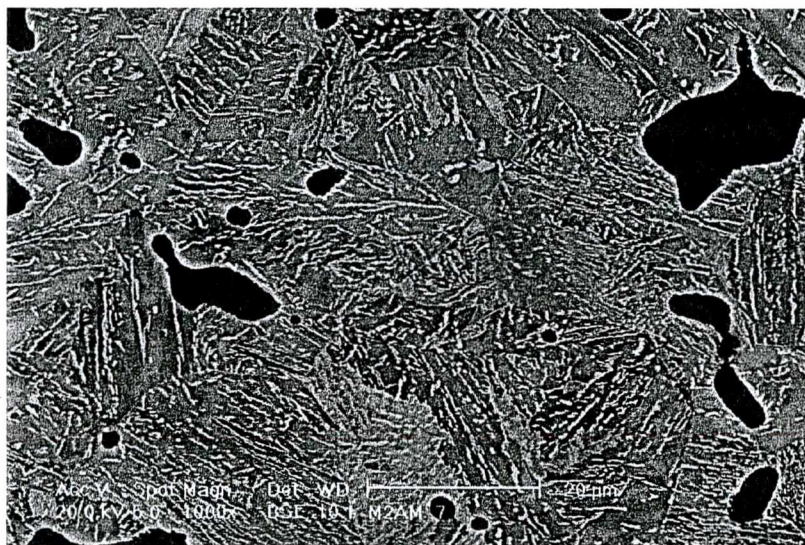


FIG. 4.33 – Microestrutura do aço 1,5Mo-0,5C tal como sinterizado (bainita).

Ataque: Nital 2%.

A Tabela 4.3 sintetiza dados quantitativos das camadas nitretadas neste aço.

As Figuras 4.34 a 4.42 mostram aspectos interessantes da microestrutura do aço tratado.

Quanto à morfologia das camadas de compostos produzidas pelas diferentes misturas gasosas, cabem aqui, em linhas gerais, os mesmos comentários feitos com relação à liga Fe-1,5Mo, com a ressalva de que as projeções aciculares da zona de compostos nos grãos bainíticos adjacentes são, em média, muito menores do que as observadas nos grãos ferríticos da liga Fe-1,5Mo e nos (raros) grãos ferríticos deste aço. O revestimento de poros subsuperficiais e contornos de grão próximos à superfície se verifica, mais uma vez, com o tratamento pelos gases contendo carbono, sobretudo o D.



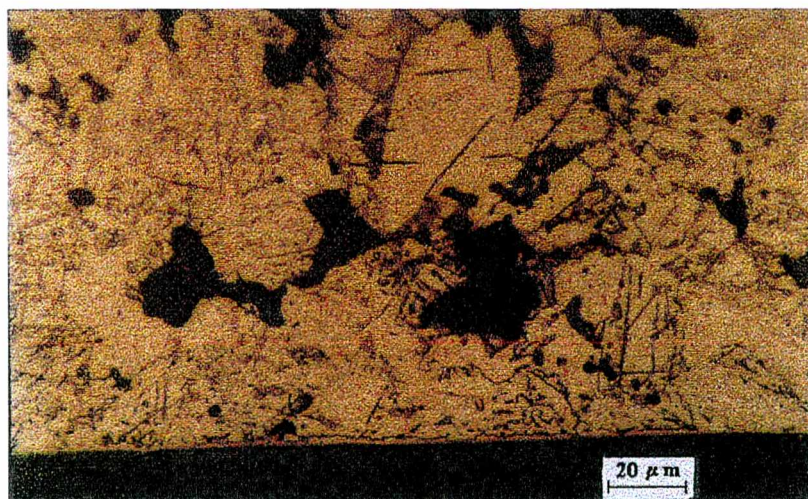
**TABELA 4.3 – Dados de Espessura da Camada Nitretada no Aço Sinterizado 1,5%Mo-0,5%C**

MISTURA GASOSA	Camada de Compostos ( $\mu\text{m}$ )		Z. D. com Poros Revestidos de Compostos ( $\mu\text{m}$ )		Zona de Difusão com Precipitados Visíveis ( $\mu\text{m}$ )	
	Média $\pm \sigma$	Máx.	Média $\pm \sigma$	Máx.	Média $\pm \sigma$	Máx.
A	$2,4 \pm 0,5$	4,3	-	-	$195 \pm 33$	305
B	$4,4 \pm 2,1$	10,4	-	-	$300 \pm 36$	365
C	$11,6 \pm 5,4$	31,1	$135 \pm 19$	165	$349 \pm 60$	510
D	$17,2 \pm 9,5$	45,4	$244 \pm 44$	315	$462 \pm 54$	525
E	$5,4 \pm 2,6$	12,0	-	-	$309 \pm 26$	374

*Obs.: Z. D. = Zona de Difusão;  $\sigma$  = desvio-padrão amostral.*

A zona de difusão apresenta precipitados aciculares dentro dos grãos de bainita (e, eventualmente, de ferrita). Perto da superfície esses precipitados são relativamente grosseiros e se distinguem nitidamente dos carbonetos da bainita; para maiores profundidades tal distinção se torna progressivamente mais difícil. De todo modo, os precipitados parecem atingir profundidades menores neste aço do que na liga binária Fe-1,5Mo tratada nas mesmas condições, sugerindo uma zona de difusão mais estreita. Isto é consistente com o fato, reportado na literatura (Cho & Lee, 1980; Sun & Bell, 1991) de que a presença de carbono no metal tende a inibir a difusão do nitrogênio, diminuindo a profundidade da camada de difusão.

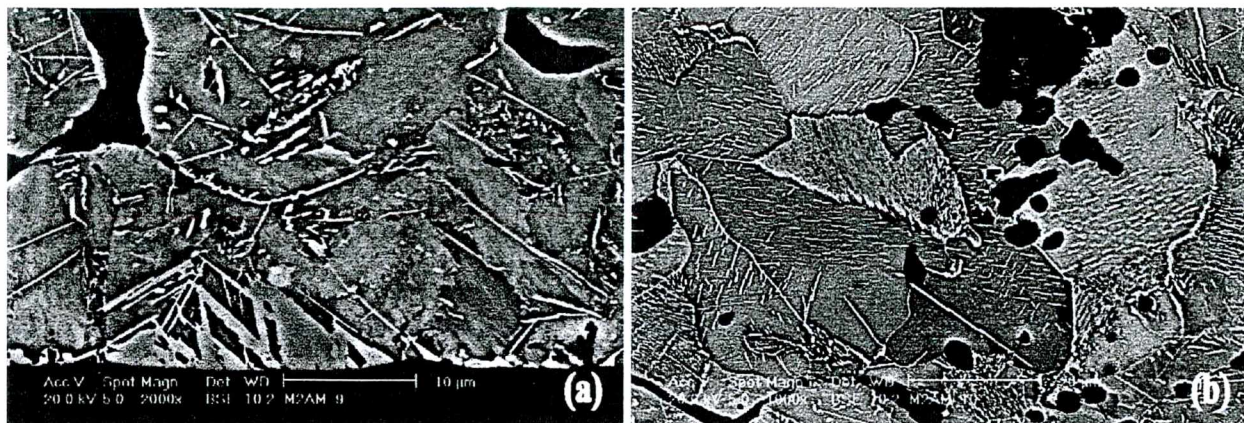
Precipitados do tipo bastonete foram observados apenas esporadicamente, quase sempre em grãos de ferrita (cf. Fig. 4.35-b). Nos grãos bainíticos, em todo caso, sua identificação é muito difícil, dada a semelhança morfológica com os carbonetos da bainita.



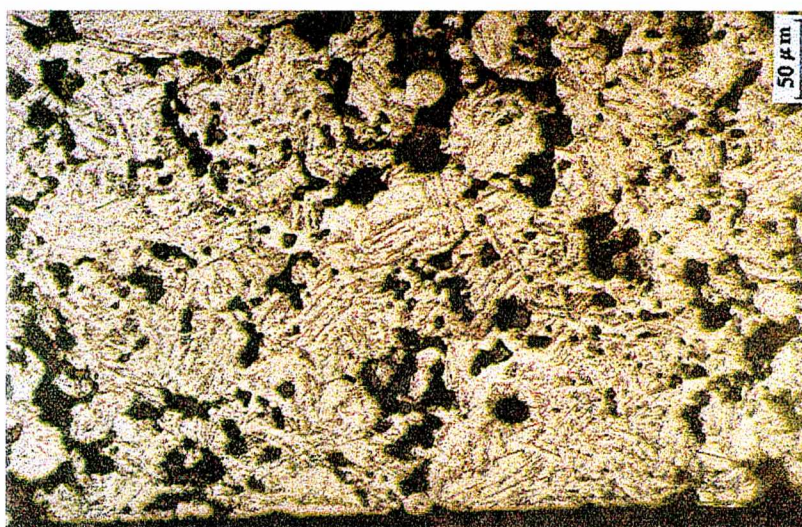
**FIG. 4.34 – Aço 1,5Mo-0,5C nitretado com o gás A: microestrutura da camada nitretada.**

*Ataque: Nital 2%.*



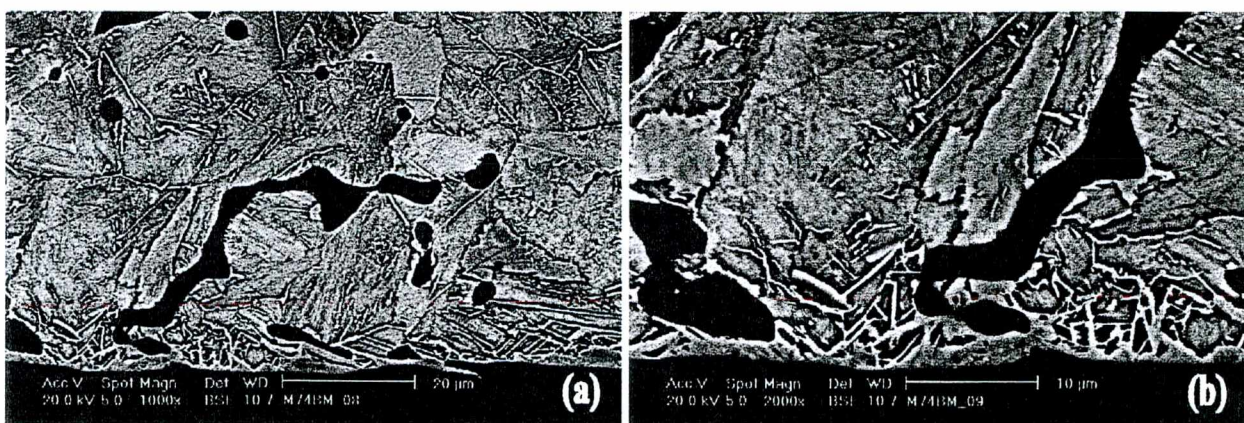


**FIG. 4.35** – Aço 1,5Mo-0,5C nitretado com o gás A: (a) detalhe da camada nitretada; (b) precipitados tipo “bastonete” em ferrita, a cerca de 250 µm de profundidade. *Ataque: Nital 2%.*



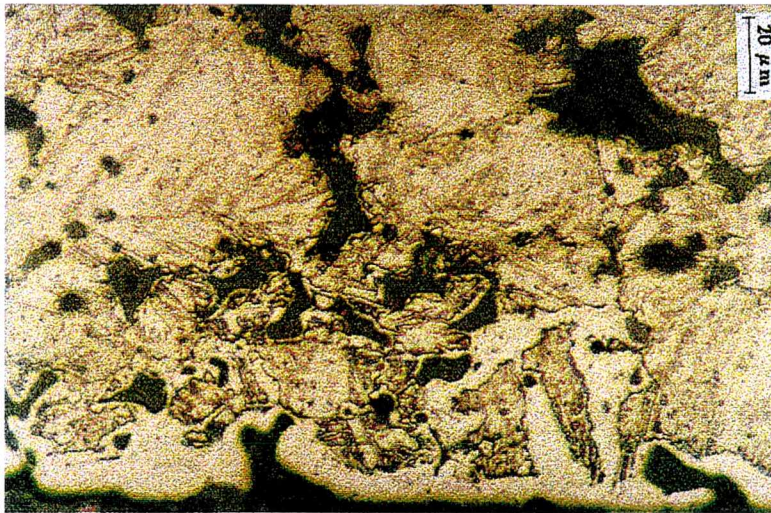
**FIG. 4.36** – Aço 1,5Mo-0,5C nitretado com o gás B: vista panorâmica da camada nitretada.

*Ataque: Nital 2%.*



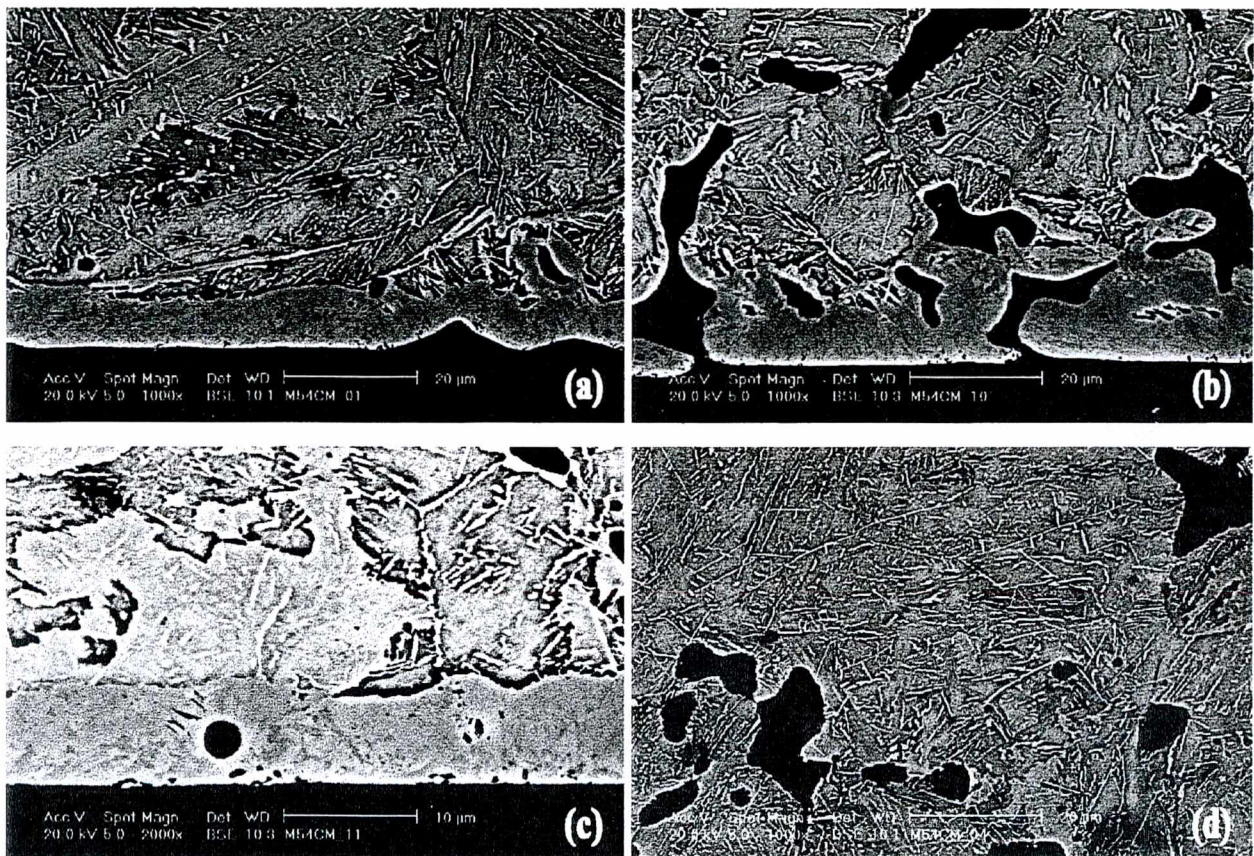
**FIG. 4.37** – Aço 1,5Mo-0,5C nitretado com o gás B: (a) camada de compostos e zona de difusão adjacente; (b) detalhe da foto anterior. *Ataque: Nital 2%.*





**FIG. 4.38** – Aço 1,5Mo-0,5C carbonitretado com o gás C: camada de compostos, envolvendo os poros superficiais e penetrando em poros e contornos de grão da zona de difusão adjacente.

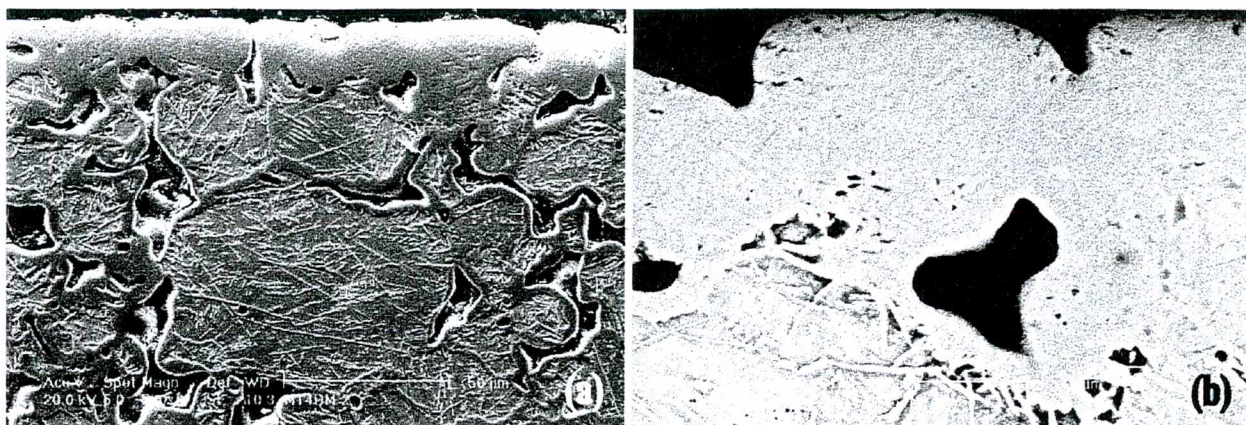
*Ataque: Nital 2%.*



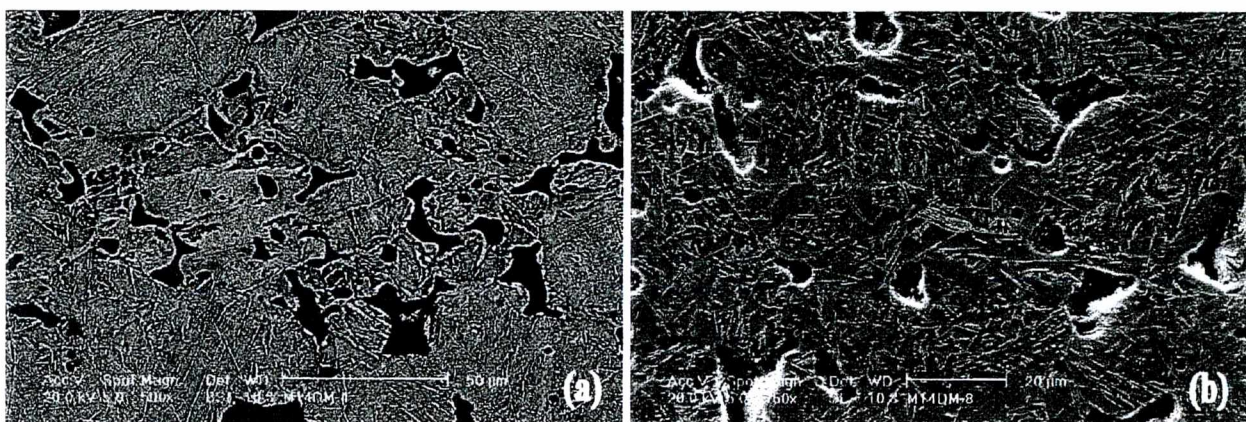
**FIG. 4.39** – Aço 1,5Mo-0,5C carbonitretado com o gás C: camada de compostos (a) com projeturas aciculares, (b) envolvendo poros superficiais, e (c) com porosidade intrínseca; (d) zona de difusão com precipitados aciculares, em torno de 200 μm de profundidade.

*Ataque: Nital 2%.*

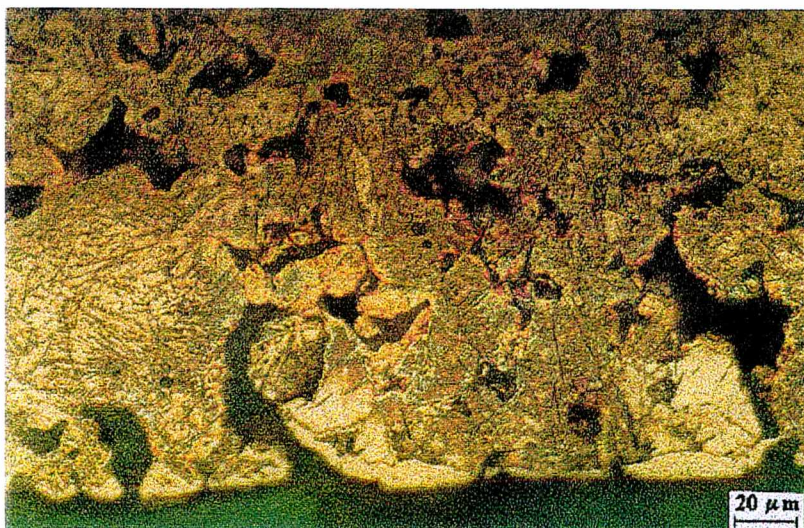




**FIG. 4.40** – Aço 1,5Mo-0,5C carbonitretado com o gás D: (a) camada de compostos, envolvendo os poros superficiais e penetrando em poros e contornos de grão da zona de difusão adjacente; (b) detalhe da foto anterior (camada de compostos). *Ataque: Nital 2%.*

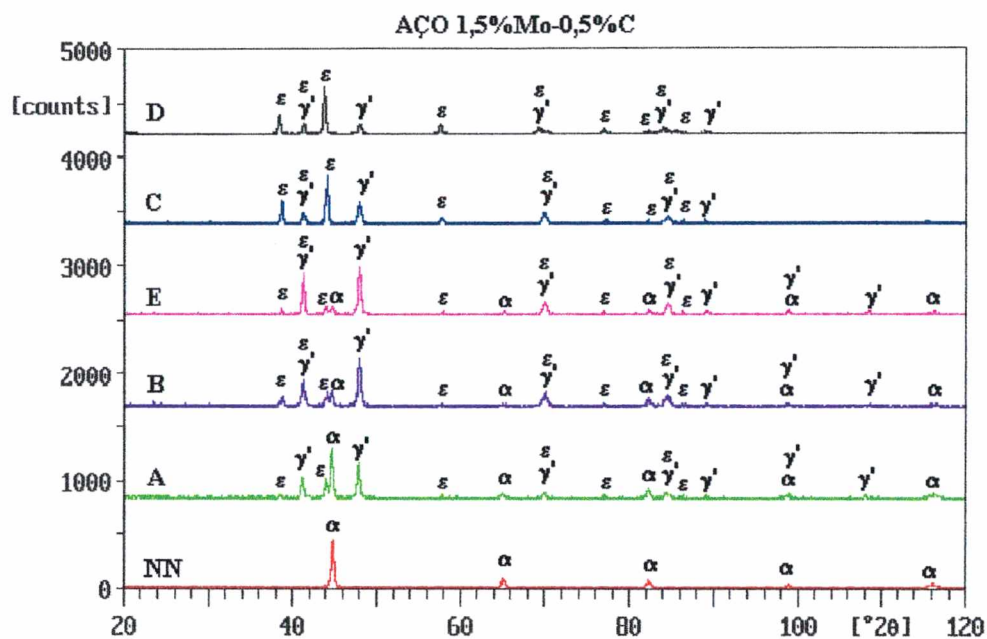


**FIG. 4.41** – Aço 1,5Mo-0,5C carbonitretado com o gás D - zona de difusão: (a) a 200 μm de profundidade, com poros ainda revestidos de camada de compostos, e precipitados aciculares; (b) a 500 μm de profundidade, com precipitados aciculares. *Ataque: Nital 2%.*

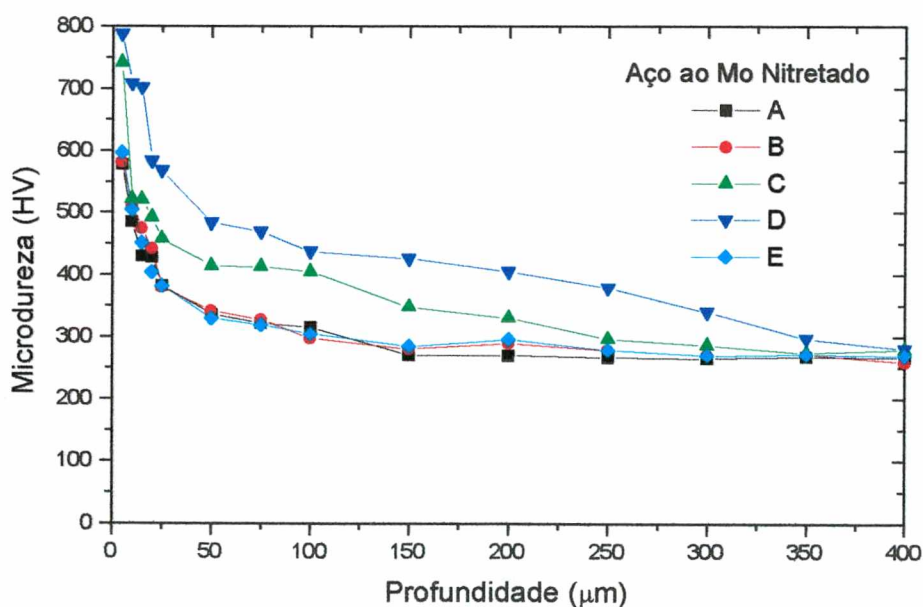


**FIG. 4.42** – Aço 1,5Mo-0,5C nitretado com o gás E: camada de compostos e zona de difusão adjacente. *Ataque: Nital 2%.*





**FIG. 4.43** – Espectros de difração de raios X da superfície do aço 1,5Mo-0,5C sinterizado, não nitretado (NN) ou nitretado com as misturas gasosas investigadas (A, B, C, D ou E).



**FIG. 4.44** – Perfis de microdureza do aço 1,5Mo-0,5C nitretado.

O difratograma de raios X do aço não nitretado (Fig. 4.43) exhibe apenas as raiais da fase  $\alpha$  (ferrita); não se detectam de modo inequívoco raiais de carbonetos ou fases ricas em molibdênio. Nas condições nitretadas sem adição de carbono (misturas A, B e E), por outro lado, surgem – em contraste com os dois outros materiais sinterizados nitretados nessas mesmas condições –

também raias do (carbo)nitreto  $\epsilon$ , além das do nitreto  $\gamma'$  e da ferrita (do substrato abaixo da camada de compostos, devido à pequena espessura desta). A presença da fase  $\epsilon$  nestas condições deve-se, com toda a probabilidade, à presença do carbono no material-base (conforme descrito no Capítulo 2, é fato bem estabelecido que os carbonetos dos aços convertem-se em carbonitreto durante a nitretação) e, muito possivelmente, também, à presença do molibdênio: Rosso e colaboradores (1995) reportam que este elemento, tal como o carbono, favorece a formação e estabilização da fase  $\epsilon$  na superfície dos aços nitretados.

Como era de se esperar, com as duas misturas contendo carbono (C e D) os picos da fase  $\epsilon$  se tornam mais intensos e os da fase  $\alpha$  desaparecem, devido à camada de compostos mais espessa.

Os exames difratométricos não permitiram detectar carbonitreto de molibdênio nas amostras nitretadas. Contudo, Pradelli e colaboradores (1992) relatam ter encontrado uma fase do tipo  $\text{Mo}(\text{C},\text{N})$  por análise difratométrica do resíduo da dissolução da zona de difusão em HCl concentrado, o qual dissolve também os nitretos de ferro.

Os perfis de microdureza do aço nitretado (Fig. 4.44) revelam as mesmas tendências básicas que os da liga Fe-1,5Mo (Fig. 4.32), em que os gases contendo carbono produzem endurecimento até maiores profundidades. A microdureza básica do constituinte bainítico é  $(268 \pm 14)$  HV 0,025. Se, a exemplo de Tosic e co-autores (1990), considerássemos como profundidade de camada endurecida aquela em que a microdureza é 50 HV superior à do material-base, obteríamos como profundidade de endurecimento 75 a 100  $\mu\text{m}$  para os tratamentos com gases sem carbono, cerca de 200  $\mu\text{m}$  para o gás com 1,25%  $\text{CH}_4$  e um pouco mais de 300  $\mu\text{m}$  para o gás com 2,5%  $\text{CH}_4$ .

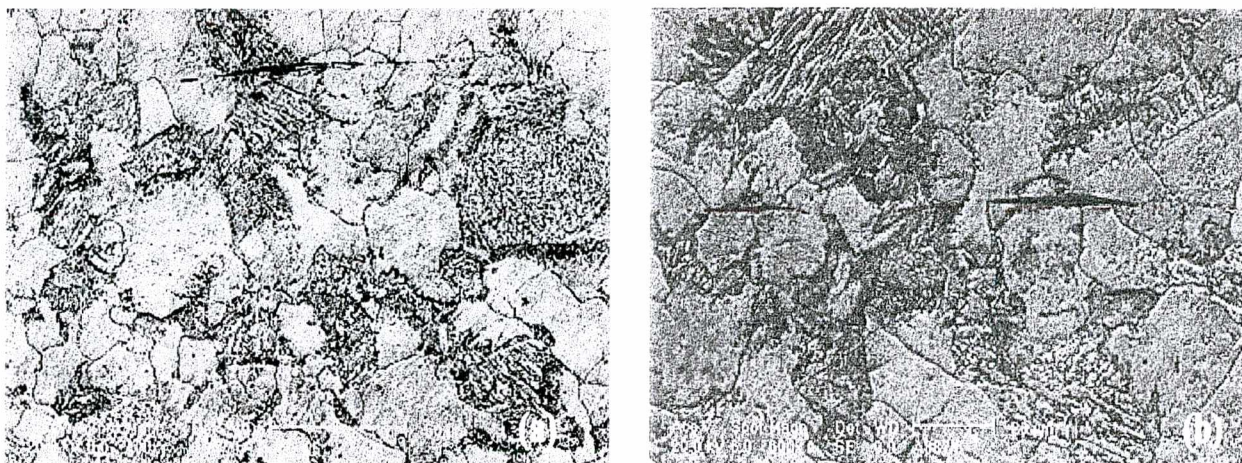
Rosso & Scavino (1989), em um estudo de nitretação por plasma de aços sinterizados, relatam um efeito semelhante de endurecimento associado à presença de carbono no gás de nitretação e de molibdênio no aço, atribuindo-o à formação de carbonitreto duros deste elemento de liga.

#### 4.1.4 – Aço Convencional ASTM A387/5

Este material na condição tal como recebida apresenta uma microestrutura aproximadamente equiaxial, constituída de cerca de 35% de ferrita e o restante de um constituinte com aspecto bainítico (Fig. 4.45). Observam-se também inclusões esparsas, alongadas paralelamente à direção de laminação e contendo, de acordo com análise via microsonda eletrônica (EDAX), além de enxofre e manganês, também silício, alumínio, ferro, cálcio e oxigênio. O diâmetro médio dos grãos de ferrita é de  $(21 \pm 3)$   $\mu\text{m}$  e o das colônias de bainita  $(33 \pm 6)$   $\mu\text{m}$ . As inclusões não metálicas têm de 20 a 80  $\mu\text{m}$  de comprimento, ficando a maioria em torno de 50  $\mu\text{m}$ .

Nas condições nitretadas, a observação micrográfica revelou aspectos bastante diferentes em comparação com os outros materiais. Em geral, a zona de difusão não apresenta precipitados de nitreto quando examinada por microscopia óptica. A ausência de precipitados de nitreto de ferro era de se esperar, de acordo com a literatura: p.ex. Seybolt (1969) e Mittemeijer *et al.* (1980c) relatam que teores da ordem de 1% de cromo no ferro já bastam para suprimir totalmente a precipitação de nitretos de ferro na zona de difusão; essa supressão, contudo, ocorre em favor de uma precipitação muito fina, *submicroscópica*, de nitretos de cromo na zona de difusão, e que é responsável por um forte endurecimento da mesma.





**FIG. 4.45** – Microestrutura do aço ASTM A 387/5 tal como recebido: (a) ferrita, bainita e inclusão não-metálica alongada; (b) detalhe em torno de inclusão não-metálica.

Por outro lado, constata-se que a zona de difusão deste material sofre um ataque intenso e característico pelo reativo de Nital, que a torna mais escura e facilmente distinguível do material-base. Ademais, a largura desta faixa mais atacada coincide aproximadamente com a região mais endurecida abaixo da superfície, revelada de modo bastante nítido pelos perfis de microdureza, como se verá abaixo, e portanto foi considerada como uma medida adequada da espessura da zona de difusão (Tabela 4.4).

Na condição nitretada **A** a camada de compostos, se existe, é tão tênue que não aparece na micrografia óptica (Fig. 4.46) e tampouco é detectada por difração de raios X. No entanto, o brilho metálico da superfície não nitretada torna-se fosco após este tratamento, embora menos do que nas outras condições; e o exame da superfície por MEV mostra que houve deposição de nitretos (Fig. 4.47).

Na condição nitretada **B** é visível uma camada de compostos contínua, com 4 a 5  $\mu\text{m}$  de espessura, em toda a periferia (Fig. 4.48). A zona de difusão tem aspecto similar ao do caso anterior.

O tratamento com o gás **C** também cria uma zona de compostos contínua, algo mais espessa que a do gás **B**; e a zona de difusão parece atingir profundidades um pouco maiores (Figuras 4.49 e 4.50 e Tabela 4.4).

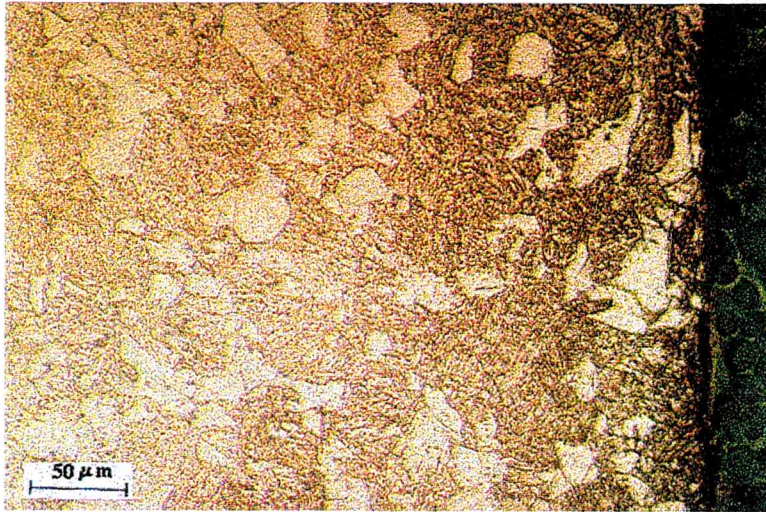
**TABELA 4.4** – Dados de Espessura da Camada Nitretada no Aço Convencional ASTM A 387/5

MISTURA GASOSA	Camada de Compostos ( $\mu\text{m}$ )		Zona de Difusão (Ataque Micrográfico) ( $\mu\text{m}$ )	
	Média $\pm \sigma$	Máx.	Média $\pm \sigma$	Máx.
<b>A</b>	-	-	$134 \pm 28$	186
<b>B</b>	$4,6 \pm 0,5$	5,3	$125 \pm 33$	192
<b>C</b>	$6,1 \pm 1,5$	7,8	$147 \pm 26$	230
<b>90 N<sub>2</sub>/10 H<sub>2</sub></b>	$7,3 \pm 1,8$	11,0	$139 \pm 20$	175

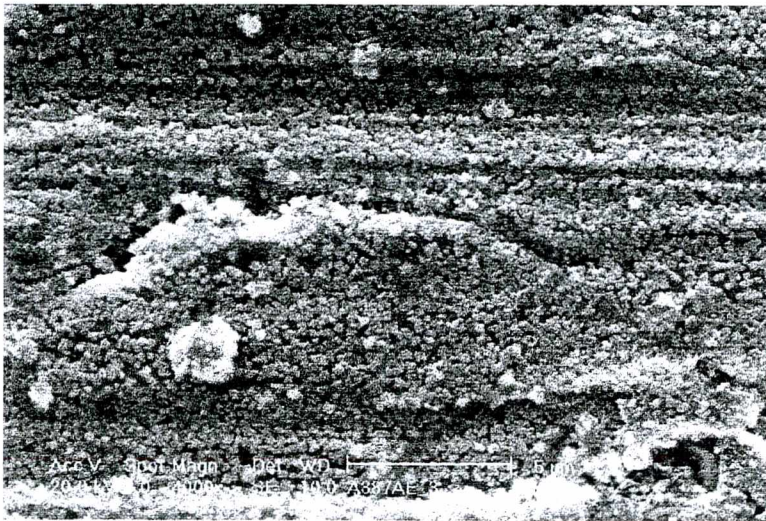
*Obs.:  $\sigma$  = desvio-padrão amostral.*



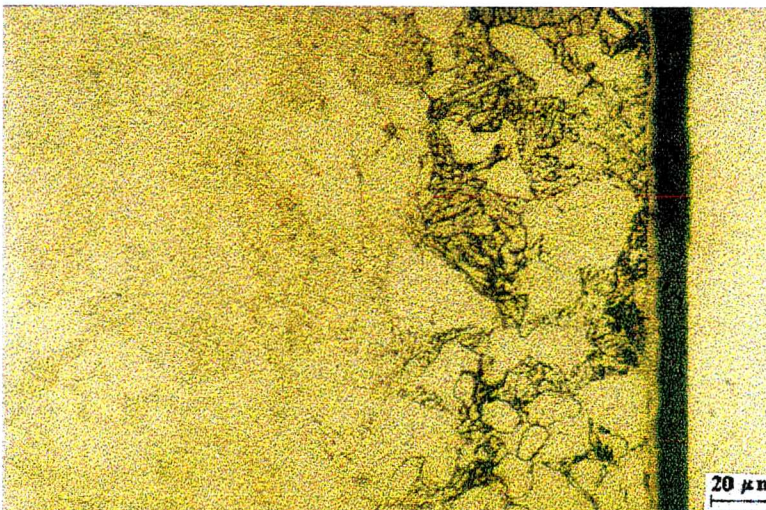
A zona de compostos produzida pela nitretação com a mistura 90% N<sub>2</sub> + 10% H<sub>2</sub> parece ser um pouco mais espessa do que as anteriores; a zona de difusão atinge profundidades aparentemente intermediárias entre as das misturas B e C (Fig. 4.51 e Tabela 4.4).



**FIG. 4.46** – Microestrutura do aço ASTM A 387/5 nitretado com o gás A: zona de difusão (camada de compostos ausente).  
*Ataque: Nital 2%.*

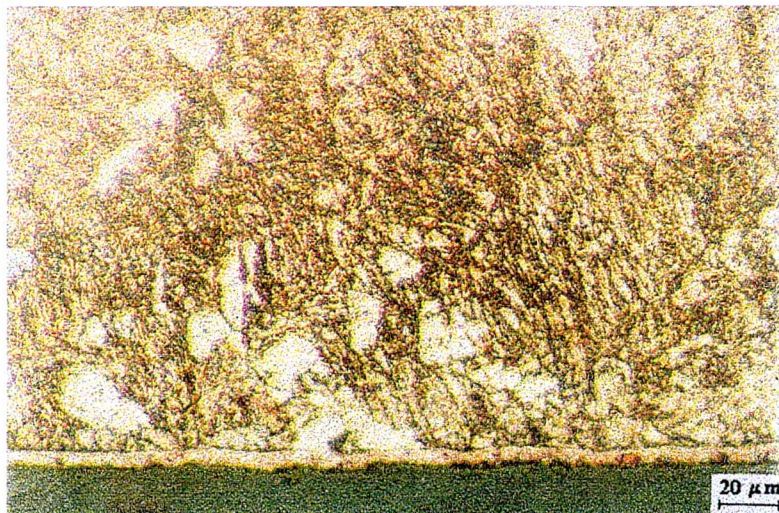


**FIG. 4.47** – Superfície do aço ASTM A 387/5 nitretado com o gás A (MEV), evidenciando a presença de nitretos finos depositados.

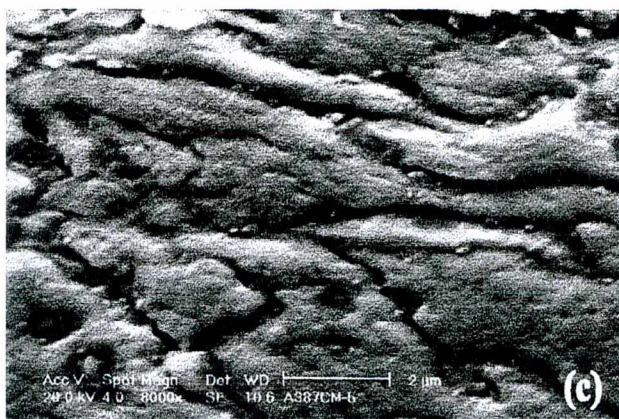
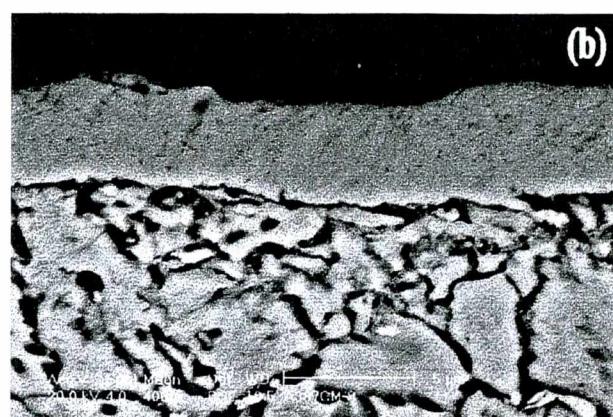
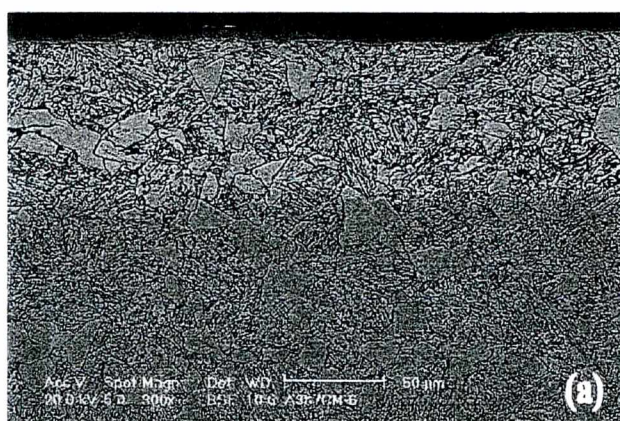


**FIG. 4.48** – Microestrutura do aço ASTM A 387/5 nitretado com o gás B: camada compósita e zona de difusão adjacente, com ataque diferenciado (Nital 2%).





**FIG. 4.49** – Microestrutura do aço ASTM A 387/5 nitretado com o gás C: camada compósita e zona de difusão adjacente, com ataque diferenciado (Nital 2%).



**FIG. 4.50** – Microestrutura do aço ASTM A 387/5 nitretado com o gás C (MEV): (a) panorama da camada nitretada (camada de compostos na parte superior); (b) detalhe da camada compósita e zona de difusão vizinha; (c) detalhe da zona de difusão a 50 μm de profundidade, vendo-se um grão bainítico com pequenos precipitados. Ataque: Nital 2%.

A Fig. 4.52 apresenta o difratograma de raios X para este material. Tanto na condição não nitretada (NN) quanto na nitretada com o gás A, só foram identificadas de modo inequívoco as raia da fase  $\alpha$  (ferrita, provavelmente contendo cromo em solução substitucional); não foi possível detectar nitretos, carbonetos, ou outras fases ricas em cromo. No caso da nitretação A, é provavelmente a espessura muito pequena da camada de nitretos depositados (cf. Fig. 4.47) que os torna indetectáveis. Também em contraste com o ferro puro e com a liga Fe-1,5Mo, porém em semelhança com o aço 1,5Mo-0,5C, as misturas gasosas sem carbono (a B [25%N<sub>2</sub>-75%H<sub>2</sub>] e a



de 90%N<sub>2</sub>-10%H<sub>2</sub>, designada também pela letra E na Fig. 4.52) produzem fase  $\epsilon$ , além da  $\gamma'$ . Isto se deve, provavelmente, não só ao carbono presente no material, mas também ao cromo; resultados análogos são relatados por Tesi *et al.* (1989) e por Rosso e Scavino (1989) para a nitretação plásmica de aços contendo Cr. Rosso e Scavino (*op. cit.*) assinalam que a tendência do cromo a estabilizar a fase  $\epsilon$  deve-se à sua solubilidade maior nesta fase do que na  $\gamma'$ . Tesi e colaboradores (*op. cit.*) relatam o surgimento de pequena quantidade da fase CrN em uma liga Fe-4,0 %Cr após 4 horas de nitretação a 550°C em um plasma de 80%N<sub>2</sub>-20%H<sub>2</sub>. Por sua vez, a mistura carbonitretante C produz teores muito maiores de  $\epsilon$  do que de  $\gamma'$ , provavelmente também em virtude do carbono que contém.

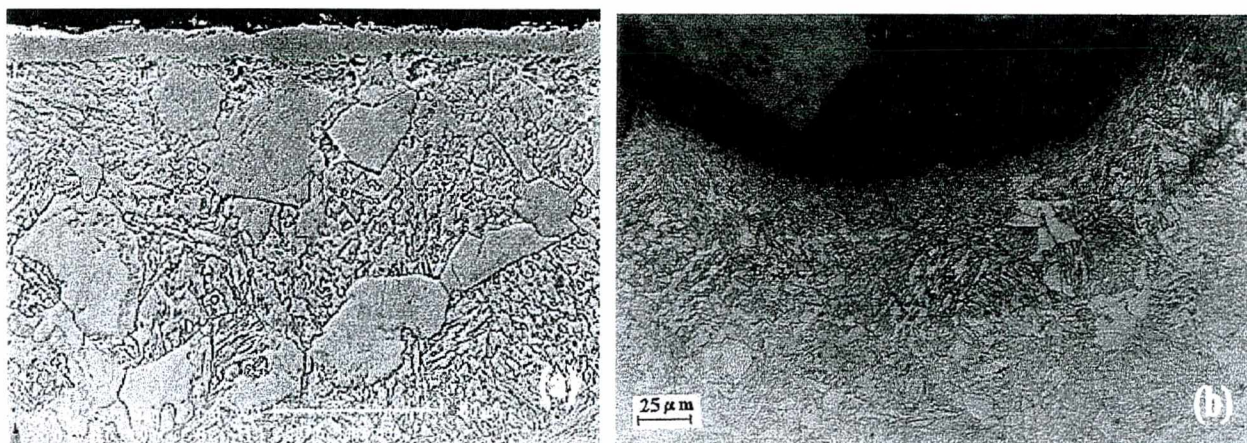


FIG. 4.51 – Microestrutura do aço ASTM A 387/5 nitretado com a mistura 90%N<sub>2</sub>-10%H<sub>2</sub>: (a) panorama da camada nitretada (camada de compostos na parte superior); (b) detalhe da camada nitretada no fundo do entalhe de um espécime Charpy. Ataque: Nital 2%.

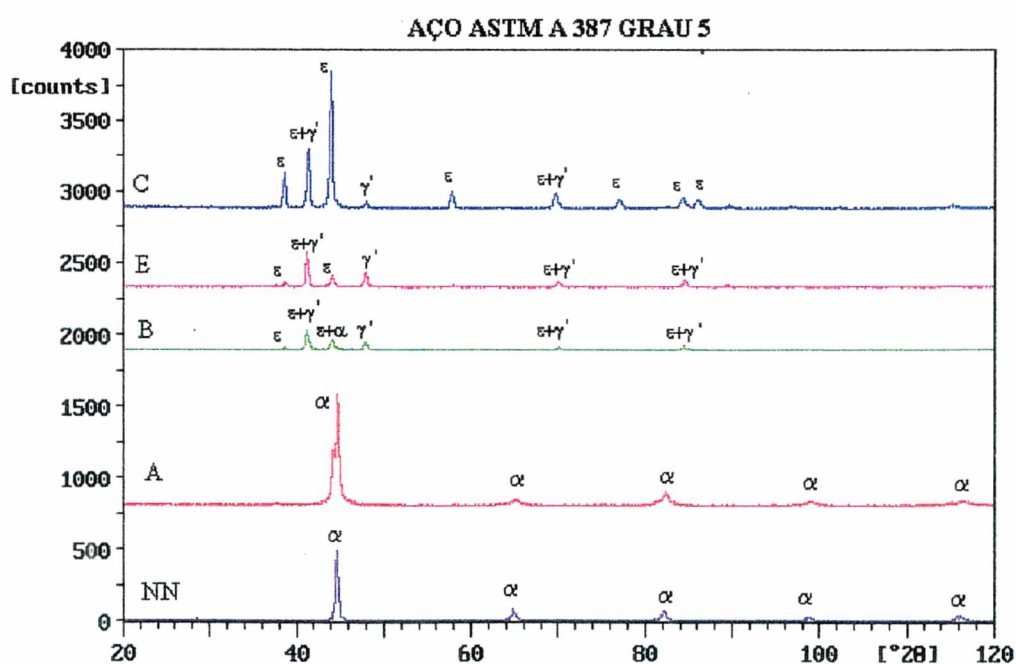


FIG. 4.52 – Espectros de difração de raios X do aço ASTM A 387/5 não nitretado (NN) ou nitretado com as misturas gasosas A, B, C ou 90%N<sub>2</sub>-10%H<sub>2</sub> (E).



A Fig. 4.53 mostra os perfis de microdureza deste aço, medidos no constituinte ferrítico, nas condições nitretadas. Observam-se diferenças significativas com relação aos demais materiais. A dureza nos primeiros microns da zona de difusão é muito elevada, com valores acima de 1000 HV 0,025. As três condições isentas de carbono no gás de tratamento apresentam comportamento nitidamente diferenciado, em que as misturas mais ricas em nitrogênio ocasionam maior profundidade de endurecimento e, na maioria dos pontos, maior valor de dureza para a mesma profundidade. Com exceção da condição nitretada A, que apresenta uma queda contínua da microdureza com o aumento da profundidade, atingindo o valor correspondente ao do material não nitretado já em torno de 100  $\mu\text{m}$ , os demais perfis exibem um patamar com alto nível de dureza ( $> 800$  HV 0,025) nos primeiros 75 a 100  $\mu\text{m}$ , caindo em seguida rapidamente para valores próximos aos do material-base a 150  $\mu\text{m}$  de profundidade. Tal comportamento na nitretação é típico de aços contendo teores da ordem de 3% ou mais de cromo, e deve-se à precipitação coerente ou semicoerente de nitretos de cromo (especialmente CrN) finamente dispersos na zona de difusão, já durante o tratamento (Mittemeijer *et al.*, 1980c; Mridha & Jack, 1982b; Spalvins, 1983, 1985; Alves Jr. & Rodrigues, 1994). A formação desses precipitados consome uma grande quantidade de nitrogênio já em pequenas profundidades, de modo que a camada de difusão resultante tende a exibir alta dureza, mas profundidade limitada, com uma transição mais ou menos brusca para o núcleo não nitretado.

Finalmente, a adição de carbono à atmosfera de tratamento (mistura C) parece produzir uma camada nitretada mais dura, mas também mais rasa, do que aquela devida à mistura rica em nitrogênio, mas sem carbono.

No centro das amostras o constituinte ferrítico apresenta uma microdureza de  $(154 \pm 8)$  HV 0,05. O constituinte bainítico, cuja dureza nos primeiros 100  $\mu\text{m}$  é comparável à do ferrítico, no centro das peças fornece valores de  $(222 \pm 18)$  HV 0,05. A dureza macroscópica do material-base é da ordem de 205 HV 30.

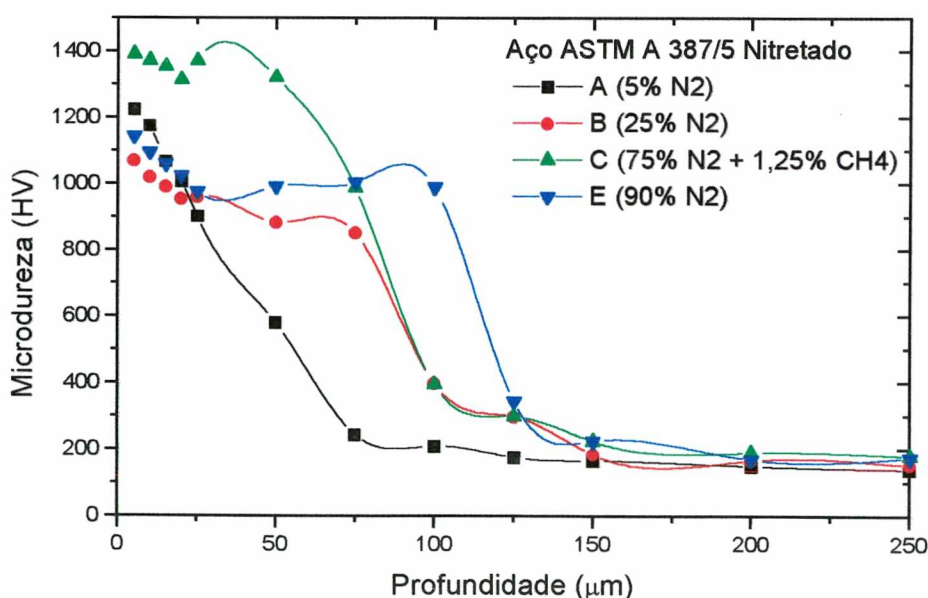


FIG. 4.53 – Perfis de microdureza do aço ASTM A 387/5 nitretado.



#### 4.1.5 – Observações Finais sobre as Microestruturas dos Materiais Investigados

As atmosferas pobres em  $N_2$  (até 5% em volume) são empregadas industrialmente para produzir camadas nitretadas isentas de zona de compostos (Kovacs & Russell, 1987). Contudo, dos materiais aqui investigados só o aço convencional ASTM A 387/5 deixou de apresentar camada compósita na superfície após nitretação por 2 horas com o gás contendo 5%  $N_2$ .

Teoricamente, é sempre possível reduzir a disponibilidade de nitrogênio na superfície de modo a suprimir completamente a camada compósita, restando apenas a zona de difusão (Lampe *et al.*, 1993). Mas está claro que o potencial de nitrogênio (dado, p.ex., pela pressão parcial na mistura de tratamento) necessário para isto depende da composição do material a ser tratado.

Seybolt (1969) observou que, para o ferro puro nitretado por plasma durante 5 horas a  $550^\circ\text{C}$  sob pressão total de 5 torr, a camada compósita só desaparece inteiramente com pressões parciais de nitrogênio inferiores a  $\sim 1 \times 10^{-4}$  atm (= 0,076 torr, ou seja, cerca de 1,5%  $N_2$  na mistura). Por outro lado, em aços contendo elementos, como o cromo, que aumentam a solubilidade do nitrogênio na ferrita (Rosso *et al.*, 1989, 1990), a zona de compostos pode requerer uma concentração mínima de nitrogênio muito maior para se formar. Segundo Staines e Bell (1981), com níveis abaixo de 10% de  $N_2$  na atmosfera de nitretação, não se forma camada de compostos em um aço do tipo 3%Cr-Mo em menos de 5 horas a  $480^\circ\text{C}$ . No nosso caso, isto realmente se verificou com o aço ao cromo ASTM A 387/5 tratado pela mistura A, quando examinado por microscopia óptica, embora a microscopia eletrônica de varredura revele deposição de nitretos na superfície (Fig. 4.47). Por outro lado, o perfil de microdureza correspondente é nitidamente inferior ao das demais condições, sugerindo que outros parâmetros do processo, como temperatura e duração, deveriam ser alterados caso se desejasse obter melhor distribuição de microdureza sem formação de camada compósita.

Nos materiais sinterizados, mormente naqueles contendo molibdênio, as misturas gasosas contendo carbono são as que fornecem resultados mais interessantes do ponto de vista da profundidade de endurecimento.

O revestimento total dos poros superficiais – com oclusão dos menores – e dos poros interiores vizinhos à superfície pela camada compósita, no caso dessas mesmas misturas, foi também observado por outros autores em aços sinterizados nitretados e, sobretudo, carbonitretados (Rie *et al.*, 1986; Tosic *et al.*, 1990; Rosso *et al.*, 1991; Rembges, 1992b). Tosic *et al.* (*op.cit.*) reportam um aumento significativo na resistência ao desgaste, e Schnatbaum *et al.* (1993) também na resistência à fadiga, associados a tal morfologia de camada compósita.

O presente estudo mostrou que, pelo menos no ferro puro, na camada em torno dos poros subsuperficiais parece predominar a fase  $\epsilon$ . Não se encontraram esclarecimentos a este respeito na literatura consultada. Uma possível explicação é sugerida pelo raciocínio desenvolvido por Somers e Mittemeijer (1987) a respeito de transformações observadas na zona compósita durante a carbonitretação. A formação preferencial da fase  $\epsilon$  estaria associada a uma proporção de carbono ativo, com relação ao nitrogênio ativo, maior dentro dos poros do que na superfície externa. Dentro de canais estreitos e profundos como os poros haveria uma impedância para os processos do plasma, devida aos elétrons provenientes da superfície externa e das paredes do canal, de modo que processos como dissociação plásmica, ionização, etc., seriam virtualmente impossíveis dentro dos canais. Contudo, estes estarão cheios com a mistura gasosa. Por outro lado, o metano é termodinamicamente menos estável do que o nitrogênio, sofrendo uma dissociação *térmica* nas temperaturas de tratamento e gerando C ativo, enquanto que o  $N_2$  só poderia se dissociar termicamente a uma temperatura muito mais elevada. Assim, ocorreria inicialmente uma carbonetação local, que resultaria na formação do carbonitreto  $\epsilon$  ao reagir com o nitrogênio ativo proveniente da superfície externa por difusão ao longo da superfície dos poros.



Finalmente, é interessante relatar que, nos materiais sinterizados, a profundidade da camada nitretada sob as superfícies formadas pela matriz de compactação mostra-se, em média, 5 a 10% menor do que sob as superfícies formadas em contato com o estampo (punção). Isto é especialmente notável no que diz respeito à profundidade máxima dos poros revestidos de camada de compostos. Nos valores fornecidos nas Tabelas 4.1 a 4.4, porém, todas as superfícies estão igualmente representadas.

Tal diferença se deve, com toda a probabilidade, ao fato de que a porosidade aberta se mostra nitidamente menor nas superfícies formadas pela matriz do que naquelas formadas pelos estampos. Assim, as superfícies formadas pelos estampos oferecem oportunidade a que mais nitrogênio penetre no material através dos poros, promovendo nitretação até profundidades maiores.

Reduções semelhantes na profundidade nitretada são observadas nos entalhes dos CP Charpy, onde a porosidade foi fechada pela operação de fresagem; e são também reportadas por Rie e Schnatbaum (1990) ao comparar a nitretação de superfícies usinadas com a de superfícies tais como sinterizadas.

## **4.2 – TEXTURA SUPERFICIAL DOS MATERIAIS NITRETADOS**

### **4.2.1 – Exame Microscópico**

Ao exame visual os materiais sem nitretação – tanto os sinterizados como o aço convencional – apresentam cor prateada com brilho metálico. Após a nitretação as peças adquirem cor cinzenta – com diferentes tonalidades, dependendo do gás de tratamento e do material, mas também exibindo diferenças entre espécimes submetidos à mesma condição de tratamento – e aparência fosca.

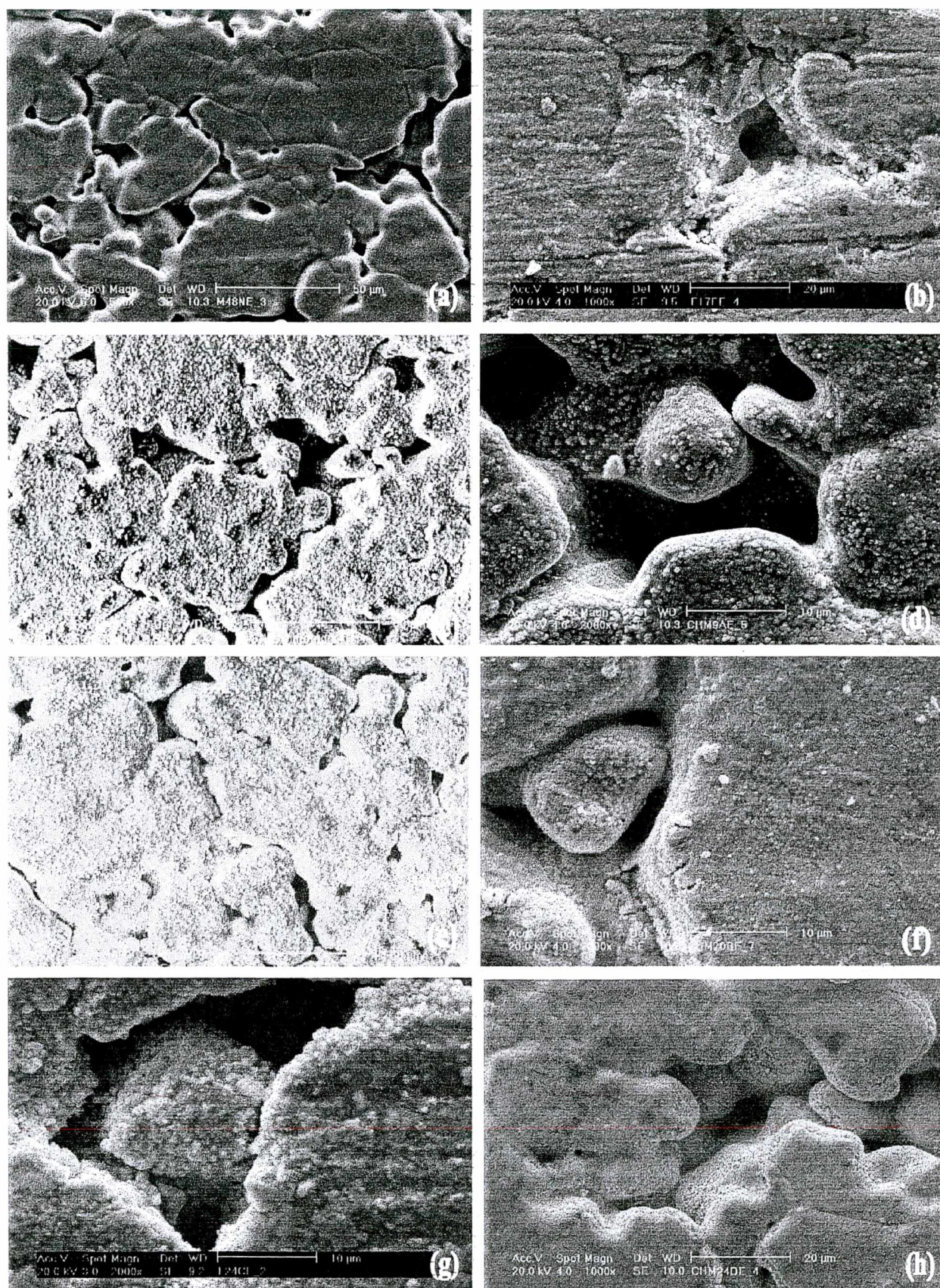
As Figuras 4.54 a 4.56 mostram aspectos microscópicos da superfície do ferro e do aço sinterizados, antes e depois do tratamento, vistos no MEV. Não há diferenças significativas entre os dois materiais em uma mesma condição superficial. Nas superfícies não nitretadas as partículas sinterizadas apresentam superfície lisa, e é evidente o arredondamento dos poros, decorrente do processo de sinterização. As superfícies nitretadas exibem um aspecto fortemente verrucoso – devido, evidentemente, à camada compósita – com uma granulação distribuída mais ou menos homogeneamente sobre as partículas sinterizadas e penetrando nos poros, que podem ter assim seu tamanho diminuído. Tais resultados são comparáveis aos relatados por Osuch (1994), segundo os quais a topografia das superfícies nitretadas por plasma é muito semelhante à de camadas produzidas por processos de deposição a vácuo.

Como era de se esperar, as atmosferas contendo carbono parecem ocasionar um recobrimento mais denso e completo da superfície, inclusive no interior dos poros; afóra isto, as texturas que elas produzem não se distinguem essencialmente das demais. Em todas as condições, ocorrem algumas partículas isoladas de maior tamanho, aleatoriamente distribuídas sobre a superfície, fato também reportado por Kühn-A. e co-autores (1994).

A Fig. 4.55 destaca a diferença de porosidade aberta entre as superfícies formadas pelo estampo e pela matriz de compactação.

O aço convencional ASTM A 387/5 nas condições nitretadas apresenta formações granulares semelhantes na superfície (Figuras 4.47 e 4.57).

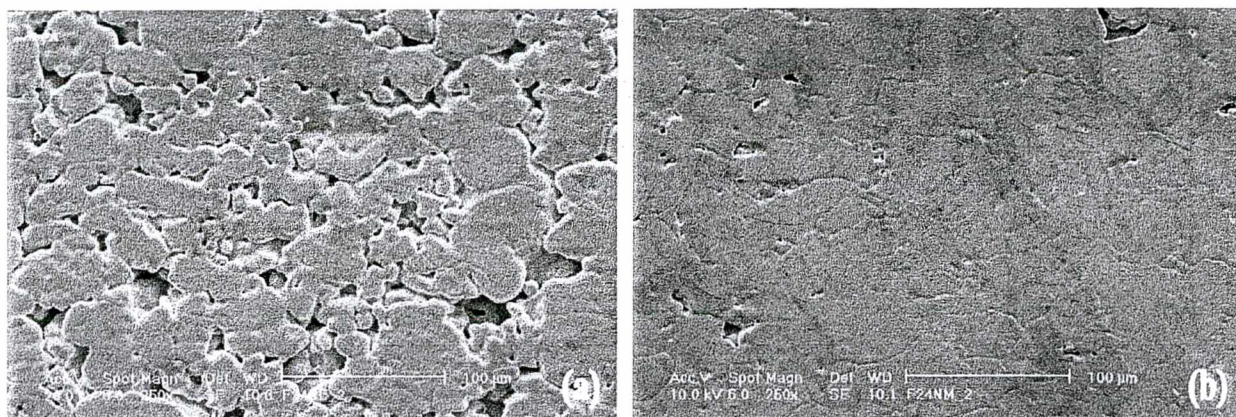




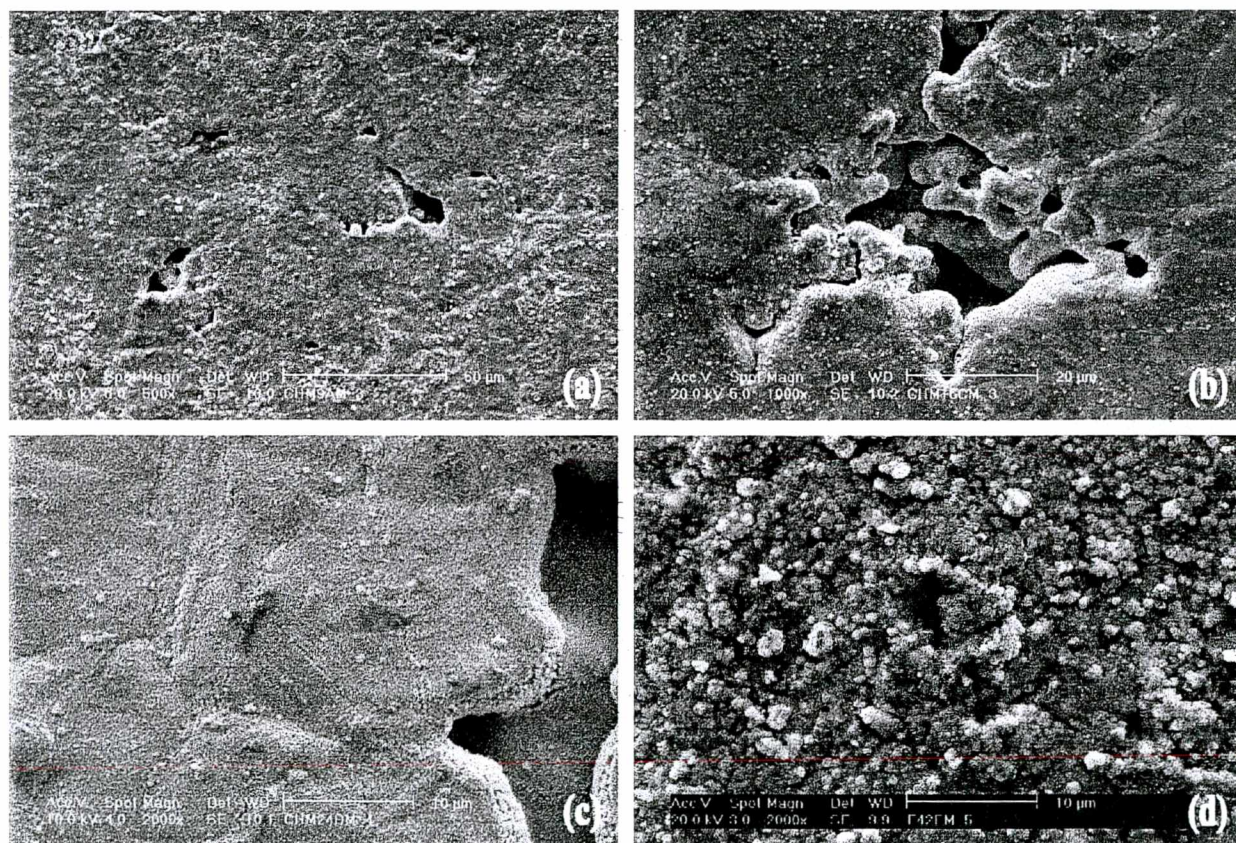
**FIG. 4.54** – Textura superficial dos materiais sinterizados na face formada pelo estampo de compactação (MEV): (a) aço tal como sinterizado; (b) ferro na condição nitretada E; (c) ferro na condição nitretada A; (d) detalhe do aço-na condição nitretada A; (e) ferro-na condição nitretada



B; (f) detalhe do aço na condição nitretada B; (g) detalhe do ferro na condição nitretada C; (h) aço na condição nitretada D.

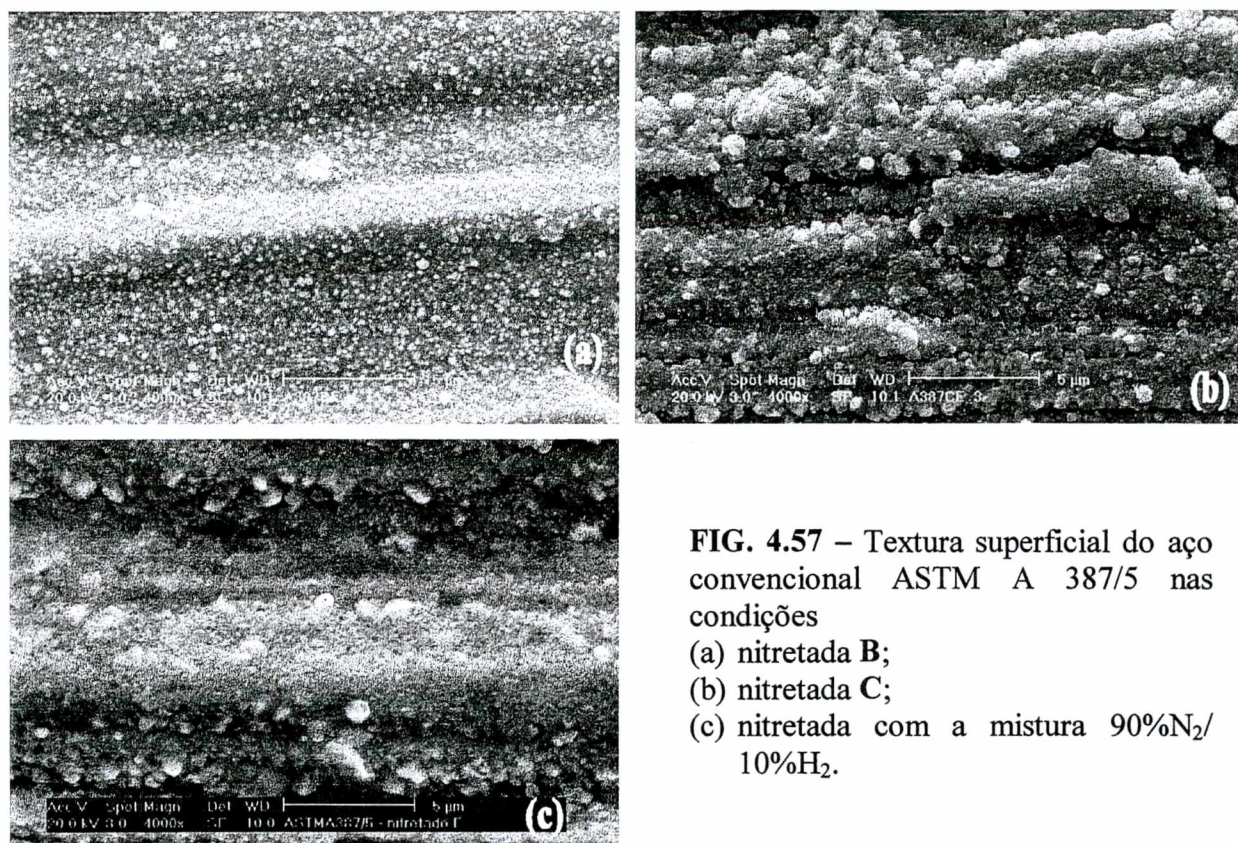


**FIG. 4.55** – Superfície do ferro tal como sinterizado na face formada pelo estampo (a) e pela matriz (b).



**FIG. 4.56** – Textura superficial dos materiais sinterizados na face formada pela matriz: (a) aço na condição nitretada A; (b) aço na condição nitretada C; (c) aço na condição nitretada D; (e) ferro na condição nitretada E.





**FIG. 4.57** – Textura superficial do aço convencional ASTM A 387/5 nas condições  
 (a) nitretada B;  
 (b) nitretada C;  
 (c) nitretada com a mistura 90%N<sub>2</sub>/10%H<sub>2</sub>.

#### 4.2.2 – Estudo Rugosimétrico

A seguir serão apresentados os resultados das medições rugosimétricas efetuadas sobre os CP sinterizados do tipo Charpy e “cotonete” de ferro puro e do aço ao Mo. Não se constataram diferenças significativas ou sistemáticas entre os dois tipos de CP para qualquer combinação de material e condição superficial; portanto, os resultados obtidos serão expostos globalmente em termos de médias e desvios-padrões das médias individuais dos respectivos espécimes, de acordo com:

- o material;
- o tipo de face onde se fez a medição – formada pelo punção (estampo de compactação), designada pela letra **P**, ou formada pela matriz de compactação, designada pela letra **M**; e
- a condição superficial (ÑN – não nitretada, ou nitretada com as atmosferas **A**, **B**, **C** ou **D**).

Formas típicas de perfis de rugosidade para ambos os tipos de face, com as respectivas medidas de parâmetros e curvas de suporte, são mostradas nas Figuras 4.58 e 4.59.

As Tabelas 4.5 e 4.6 mostram os resultados obtidos nos materiais na condição tal como sinterizada. Os parâmetros de rugosidade (vertical)  $R_a$ ,  $R_y$ , etc. são os definidos no Cap. 3 e no Apêndice 1; em resumo,  $R_y$ ,  $R_z$  e  $R_{max}$  representam distâncias verticais entre reentrâncias e saliências do perfil,  $R_p$  é a distância entre o pico mais alto do perfil e a linha de referência para o mesmo, e  $R_{pm}$  é o valor médio de  $R_p$ .  $R_m = R_y - R_p$  é a distância entre a reentrância mais profunda do perfil e a linha de referência, e  $t_p(-x)$  representa a percentagem de suporte do perfil para o nível de corte situado  $x$  microns abaixo da linha de referência para a fração de contato.



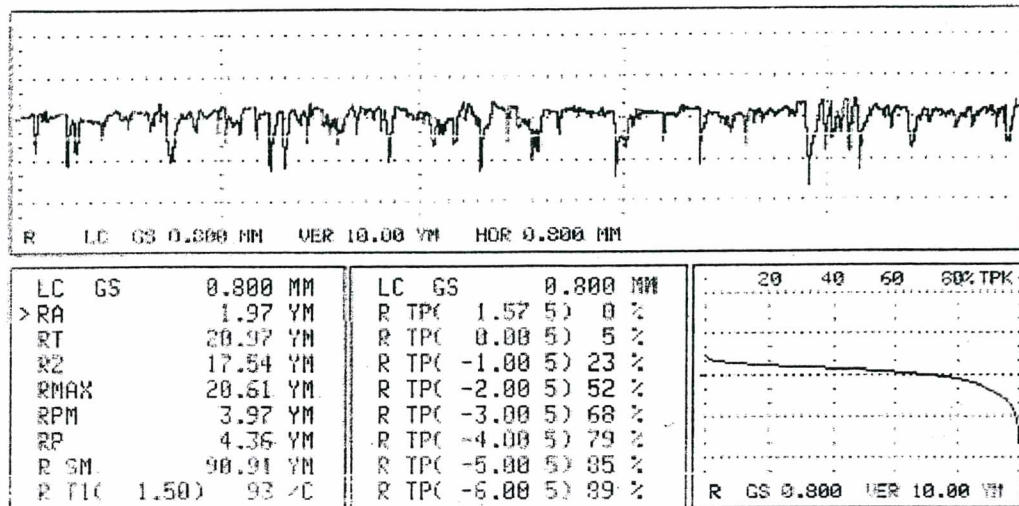


FIG. 4.58 – Típico perfil de rugosidade para a face P tal como sinterizada (aço 1,5Mo-0,5C), com a curva de suporte do perfil (em baixo, à direita).

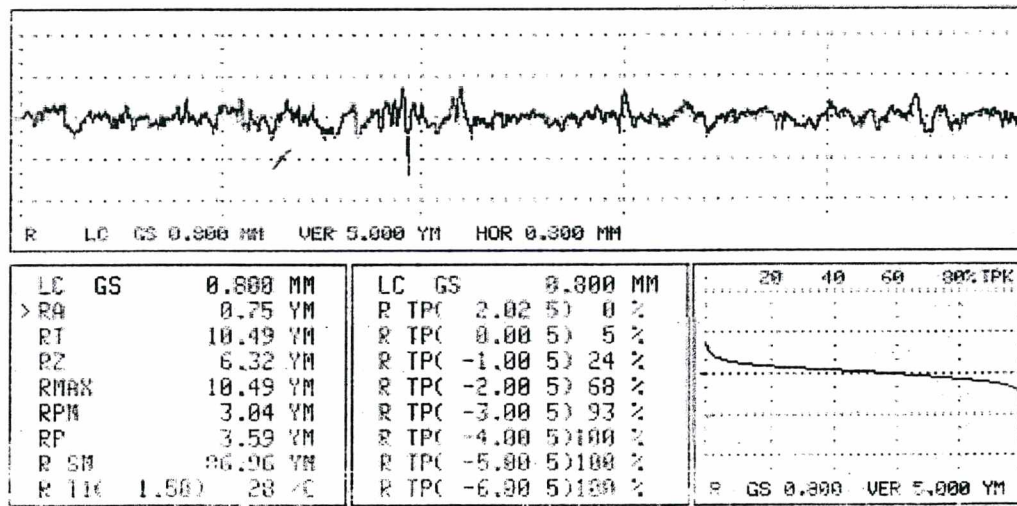


FIG. 4.59 – Típico perfil de rugosidade para a face M tal como sinterizada (ferro), com a curva de suporte do perfil (em baixo, à direita).

TABELA 4.5 – Parâmetros de Rugosidade do Ferro Sinterizado Não Nitretado

Parâmetro (µm) →	R <sub>a</sub>	R <sub>y</sub>	R <sub>z</sub>	R <sub>max</sub>	R <sub>pm</sub>	R <sub>p</sub>	R <sub>m</sub>
Média – Face P	1,73	19,62	14,02	18,86	3,66	6,49	14,68
D.P. – Face P	0,36	3,62	2,17	3,31	1,18	2,53	3,08
Média – Face M	1,14	8,58	5,36	8,19	2,51	4,53	4,25
D.P. – Face M	0,15	2,66	1,08	2,60	0,73	2,09	2,38

Parâmetro (%) →	t <sub>p</sub> (-1)	t <sub>p</sub> (-2)	t <sub>p</sub> (-3)	t <sub>p</sub> (-4)	t <sub>p</sub> (-5)	t <sub>p</sub> (-6)
Média – Face P	24,8	50,0	67,0	78,0	85,2	90,1
D.P. – Face P	8,4	14,8	14,3	11,2	8,0	5,7
Média – Face M	48,3	81,1	93,5	98,0	99,2	99,7
D.P. – Face M	18,5	15,7	7,9	3,2	1,3	0,7

TABELA 4.6 – Parâmetros de Rugosidade do Aço 1,5Mo-0,5C Sinterizado Não Nitretado

Parâmetro ( $\mu\text{m}$ ) →	$R_a$	$R_y$	$R_z$	$R_{\text{max}}$	$R_{\text{pm}}$	$R_p$	$R_m$
Média – Face P	1,69	19,53	13,94	18,97	3,46	7,08	15,11
D.P. – Face P	0,46	4,70	3,04	4,39	1,81	3,91	4,30
Média – Face M	0,52	9,31	5,06	8,90	1,70	5,00	5,51
D.P. – Face M	0,24	3,14	1,86	3,04	0,90	2,67	2,90

Parâmetro (%) →	$t_p$ (-1)	$t_p$ (-2)	$t_p$ (-3)	$t_p$ (-4)	$t_p$ (-5)	$t_p$ (-6)
Média – Face P	30,1	55,0	69,5	78,9	85,5	90,1
D.P. – Face P	8,9	15,7	17,2	15,6	12,5	9,5
Média – Face M	52,0	84,0	95,0	98,0	99,1	99,6
D.P. – Face M	25,7	18,0	8,8	6,7	2,5	1,2

As Tabelas 4.7 a 4.14 exibem os resultados de rugosidade obtidos para os dois materiais, comparando os mesmos espécimes antes e depois de cada tratamento de nitretação, em ambas as faces (P e M), exceto para o tratamento D, em que só foram levantados os dados das faces P.

TABELA 4.7 – Rugosidade do Ferro antes e depois da Nitretação com a Mistura A

FACE P						
Parâmetro ( $\mu\text{m}$ ) →	$R_a$	$R_y$	$R_z$	$R_{\text{max}}$	$R_{\text{pm}}$	$R_p$
ÑN DEPOIS /A - MÉDIAS	1,55	17,86	12,55	17,39	2,96	4,28
ÑN DEPOIS /A - D.P.	0,21	2,40	1,19	2,59	0,58	1,42
NITRETADOS A – MÉD.	1,74	22,77	15,72	21,92	3,75	5,92
NITRETADOS A - D.P.	0,26	4,75	2,18	4,50	0,89	3,21
VARIAÇÃO	12,1%	27,4%	25,2%	26,0%	26,8%	38,4%

Parâmetro →	$t_p$ (-1)	$t_p$ (-2)	$t_p$ (-3)	$t_p$ (-4)	$t_p$ (-5)	$t_p$ (-6)
ÑN DEPOIS /A - MÉDIAS	31,4%	59,3%	75,2%	84,1%	89,6%	93,1%
ÑN DEPOIS /A - D.P.	4,5%	6,1%	5,1%	4,2%	3,5%	3,0%
NITRETADOS A – MÉD.	25,0%	51,7%	67,9%	78,3%	85,3%	90,4%
NITRETADOS A - D.P.	6,9%	9,5%	8,8%	7,4%	6,3%	4,2%
VARIAÇÃO	-20,2%	-12,8%	-9,7%	-6,8%	-4,8%	-2,9%

FACE M						
Parâmetro ( $\mu\text{m}$ ) →	$R_a$	$R_y$	$R_z$	$R_{\text{max}}$	$R_{\text{pm}}$	$R_p$
ÑN DEPOIS /A - MÉDIAS	0,53	8,10	4,30	7,59	1,92	4,17
ÑN DEPOIS /A - D.P.	0,16	2,96	1,24	2,88	0,88	2,27
NITRETADOS A – MÉD.	0,63	8,30	5,12	7,91	2,09	3,44
NITRETADOS A - D.P.	0,12	2,54	0,98	2,43	0,62	1,77
VARIAÇÃO	18,9%	2,5%	19,1%	4,2%	8,9%	-17,5%

Parâmetro →	$t_p$ (-1)	$t_p$ (-2)	$t_p$ (-3)	$t_p$ (-4)	$t_p$ (-5)	$t_p$ (-6)
ÑN DEPOIS /A - MÉDIAS	64,8%	89,6%	96,1%	98,4%	99,5%	99,9%
ÑN DEPOIS /A - D.P.	21,4%	20,6%	11,3%	6,0%	2,0%	0,5%
NITRETADOS A – MÉD.	46,5%	86,0%	95,7%	98,9%	99,9%	100,0%
NITRETADOS A - D.P.	11,8%	10,8%	5,5%	1,6%	0,3%	0,2%
VARIAÇÃO	-28,3%	-4,1%	-0,5%	0,5%	0,4%	0,1%



TABELA 4.8 – Rugosidade do Ferro antes e depois da Nitretação com a Mistura B

FACE P						
Parâmetro ( $\mu\text{m}$ ) →	$R_a$	$R_y$	$R_z$	$R_{\text{max}}$	$R_{\text{pm}}$	$R_p$
ÑN DEPOIS /B - MÉDIAS	1,83	23,39	16,09	22,21	4,08	7,74
ÑN DEPOIS /B - D.P.	0,24	2,97	1,44	2,81	1,11	2,76
NITRETADOS B – MÉD.	1,89	21,33	15,61	20,58	3,81	5,23
NITRETADOS B - D.P.	0,23	3,46	1,43	3,49	0,50	0,83
VARIAÇÃO	3,5%	-8,8%	-2,9%	-7,3%	-6,7%	-32,4%
Parâmetro →	$t_p$ (-1)	$t_p$ (-2)	$t_p$ (-3)	$t_p$ (-4)	$t_p$ (-5)	$t_p$ (-6)
ÑN DEPOIS /B - MÉDIAS	22,2%	48,1%	66,5%	78,0%	85,1%	89,9%
ÑN DEPOIS /B - D.P.	5,5%	9,4%	8,2%	6,2%	4,4%	3,2%
NITRETADOS B – MÉD.	21,7%	45,4%	63,4%	75,3%	83,6%	88,8%
NITRETADOS B - D.P.	5,2%	8,7%	10,5%	11,0%	8,5%	6,0%
VARIAÇÃO	-2,3%	-5,6%	-4,8%	-3,4%	-1,8%	-1,3%

FACE M						
Parâmetro ( $\mu\text{m}$ ) →	$R_a$	$R_y$	$R_z$	$R_{\text{max}}$	$R_{\text{pm}}$	$R_p$
ÑN DEPOIS /B - MÉDIAS	0,76	9,34	5,5	8,93	2,48	4,43
ÑN DEPOIS /B - D.P.	0,1	1,99	0,87	2,08	0,64	1,66
NITRETADOS B – MÉD.	0,66	8,46	4,95	7,99	2,24	4,13
NITRETADOS B - D.P.	0,18	2,2	1,09	2,05	0,62	1,34
VARIAÇÃO	-13,2%	-9,4%	-10,0%	-10,5%	-9,7%	-6,8%
Parâmetro →	$t_p$ (-1)	$t_p$ (-2)	$t_p$ (-3)	$t_p$ (-4)	$t_p$ (-5)	$t_p$ (-6)
ÑN DEPOIS /B - MÉDIAS	34,9%	73,6%	91,8%	97,8%	99,1%	99,6%
ÑN DEPOIS /B - D.P.	11,0%	16,7%	8,7%	3,7%	1,7%	0,7%
NITRETADOS B – MÉD.	51,7%	82,5%	94,6%	98,5%	99,5%	98,9%
NITRETADOS B - D.P.	24,9%	19,3%	8,0%	2,6%	0,9%	0,3%
VARIAÇÃO	48,2%	12,1%	3,2%	0,8%	0,4%	-0,8%

TABELA 4.9 – Rugosidade do Ferro antes e depois da Nitretação com a Mistura C

FACE P						
Parâmetro ( $\mu\text{m}$ ) →	$R_a$	$R_y$	$R_z$	$R_{\text{max}}$	$R_{\text{pm}}$	$R_p$
ÑN DEPOIS /C - MÉDIAS	1,95	19,85	14,70	18,88	4,61	7,45
ÑN DEPOIS /C - D.P.	0,24	3,62	1,44	3,02	0,33	1,72
NITRETADOS C – MÉD.	1,88	22,14	16,18	21,52	3,73	4,95
NITRETADOS C - D.P.	0,29	2,79	2,39	2,99	0,53	0,88
VARIAÇÃO	-3,9%	11,6%	10,1%	14,0%	-19,2%	-33,6%
Parâmetro →	$t_p$ (-1)	$t_p$ (-2)	$t_p$ (-3)	$t_p$ (-4)	$t_p$ (-5)	$t_p$ (-6)
ÑN DEPOIS /C - MÉDIAS	17,5%	35,7%	52,3%	66,7%	77,3%	85,0%
ÑN DEPOIS /C - D.P.	12,0%	8,0%	5,1%	5,3%	4,4%	4,1%
NITRETADOS C – MÉD.	22,4%	47,3%	64,3%	76,2%	84,0%	89,1%
NITRETADOS C - D.P.	2,8%	4,2%	6,0%	8,5%	8,5%	7,0%
VARIAÇÃO	28,0%	32,4%	23,0%	14,2%	8,7%	4,8%



FACE M						
Parâmetro ( $\mu\text{m}$ ) →	$R_a$	$R_y$	$R_z$	$R_{\text{max}}$	$R_{\text{pm}}$	$R_p$
ÑN DEPOIS /C - MÉDIAS	0,62	8,91	4,78	8,51	2,35	5,00
ÑN DEPOIS /C - D.P.	0,08	3,11	0,84	2,92	0,59	2,45
NITRETADOS C – MÉD.	0,89	9,89	6,36	9,36	3,05	5,03
NITRETADOS C - D.P.	0,08	1,33	0,58	1,13	0,32	1,00
VARIAÇÃO	43,6%	11,0%	33,1%	10,0%	29,8%	0,6%
Parâmetro →	$t_p$ (-1)	$t_p$ (-2)	$t_p$ (-3)	$t_p$ (-4)	$t_p$ (-5)	$t_p$ (-6)
ÑN DEPOIS /C - MÉDIAS	45,1%	80,1%	92,8%	97,9%	99,0%	99,4%
ÑN DEPOIS /C - D.P.	22,3%	26,3%	14,5%	4,5%	2,2%	1,4%
NITRETADOS C – MÉD.	20,5%	52,0%	81,9%	94,3%	98,3%	99,2%
NITRETADOS C - D.P.	5,2%	15,0%	13,5%	6,9%	2,4%	1,0%
VARIAÇÃO	-54,5%	-35,1%	-11,7%	-3,8%	-0,7%	-0,2%

TABELA 4.10 – Rugosidade do Ferro antes e depois da Nitretação com a Mistura D

FACE P						
Parâmetro ( $\mu\text{m}$ ) →	$R_a$	$R_y$	$R_z$	$R_{\text{max}}$	$R_{\text{pm}}$	$R_p$
ÑN DEPOIS /D - MÉDIAS	1,53	16,43	12,18	15,92	2,62	-
ÑN DEPOIS /D - D.P.	0,27	3,80	2,20	3,38	0,63	-
NITRETADOS D – MÉD.	2,33	21,75	17,19	21,17	5,45	6,73
NITRETADOS D - D.P.	0,15	1,80	1,07	1,94	0,11	0,43
VARIAÇÃO	52,3%	32,4%	41,1%	33,0%	108,0%	-
Parâmetro →	$t_p$ (-1)	$t_p$ (-2)	$t_p$ (-3)	$t_p$ (-4)	$t_p$ (-5)	$t_p$ (-6)
ÑN DEPOIS /D - MÉDIAS	28,9%	59,2%	75,7%	84,2%	89,8%	93,4%
ÑN DEPOIS /D - D.P.	8,3%	10,7%	7,6%	5,3%	44,1%	3,5%
NITRETADOS D – MÉD.	13,0%	24,0%	39,0%	54,0%	68,0%	78,0%
NITRETADOS D - D.P.	1,0%	1,0%	2,0%	2,0%	2,0%	2,0%
VARIAÇÃO	-55,0%	-59,5%	-48,5%	-35,9%	-24,3%	-16,5%

TABELA 4.11 – Rugosidade do Aço 1,5Mo-0,5C antes e depois da Nitretação com o Gás A

FACE P						
Parâmetro ( $\mu\text{m}$ ) →	$R_a$	$R_y$	$R_z$	$R_{\text{max}}$	$R_{\text{pm}}$	$R_p$
ÑN DEPOIS /A - MÉDIAS	1,49	19,04	12,68	18,51	3,03	5,16
ÑN DEPOIS /A - D.P.	0,24	4,27	1,90	3,63	1,16	3,17
NITRETADOS A – MÉD.	1,69	20,09	14,50	19,55	3,01	4,21
NITRETADOS A - D.P.	0,15	1,92	1,24	1,81	0,26	0,97
VARIAÇÃO	13,5%	5,5%	14,3%	5,7%	-0,6%	-18,5%
Parâmetro →	$t_p$ (-1)	$t_p$ (-2)	$t_p$ (-3)	$t_p$ (-4)	$t_p$ (-5)	$t_p$ (-6)
ÑN DEPOIS /A - MÉDIAS	33,4%	60,3%	75,7%	84,6%	90,3%	93,8%
ÑN DEPOIS /A - D.P.	7,9%	9,7%	8,7%	6,0%	3,7%	2,4%
NITRETADOS A – MÉD.	30,7%	58,2%	74,1%	83,0%	88,6%	92,3%
NITRETADOS A - D.P.	5,0%	4,0%	3,0%	3,0%	2,0%	2,0%
VARIAÇÃO	-8,1%	-3,4%	-2,2%	-1,9%	-1,9%	-1,6%



FACE M						
Parâmetro ( $\mu\text{m}$ ) →	$R_a$	$R_y$	$R_z$	$R_{\text{max}}$	$R_{\text{pm}}$	$R_p$
ÑÑ DEPOIS /A - MÉDIAS	0,38	7,39	3,91	7,01	1,41	2,96
ÑÑ DEPOIS /A - D.P.	0,06	2,46	0,80	2,41	0,76	2,38
NITRETADOS A – MÉD.	0,47	8,59	4,89	8,15	1,60	2,66
NITRETADOS A - D.P.	0,05	2,05	0,73	1,91	0,37	1,07
VARIAÇÃO	23,7%	16,2%	25,1%	16,3%	13,5%	-10,1%
Parâmetro →	$t_p$ (-1)	$t_p$ (-2)	$t_p$ (-3)	$t_p$ (-4)	$t_p$ (-5)	$t_p$ (-6)
ÑÑ DEPOIS /A - MÉDIAS	83,6%	98,5%	99,9%	99,9%	100,0%	100,0%
ÑÑ DEPOIS /A - D.P.	6,4%	1,2%	0,3%	0,3%	0,0%	0,0%
NITRETADOS A – MÉD.	65,6%	94,4%	98,6%	99,4%	99,8%	99,9%
NITRETADOS A - D.P.	16,1%	7,2%	2,4%	1,5%	1,0%	0,5%
VARIAÇÃO	-21,5%	-4,1%	-1,3%	-0,6%	-0,3%	-0,1%

TABELA 4.12 – Rugosidade do Aço 1,5Mo-0,5C antes e depois da Nitretação com o Gás B

FACE P						
Parâmetro ( $\mu\text{m}$ ) →	$R_a$	$R_y$	$R_z$	$R_{\text{max}}$	$R_{\text{pm}}$	$R_p$
ÑÑ DEPOIS /B - MÉDIAS	1,78	20,24	15,32	19,70	3,56	6,62
ÑÑ DEPOIS /B - D.P.	0,27	3,31	1,73	3,39	0,75	2,11
NITRETADOS B – MÉD.	1,63	20,44	14,12	19,67	3,32	5,00
NITRETADOS B - D.P.	0,20	3,41	1,50	3,09	0,65	2,26
VARIAÇÃO	-8,3%	1,0%	-7,8%	-0,1%	-6,8%	-24,4%
Parâmetro →	$t_p$ (-1)	$t_p$ (-2)	$t_p$ (-3)	$t_p$ (-4)	$t_p$ (-5)	$t_p$ (-6)
ÑÑ DEPOIS /B - MÉDIAS	27,1%	53,2%	69,1%	79,4%	85,9%	90,4%
ÑÑ DEPOIS /B - D.P.	4,2%	7,0%	7,5%	6,2%	4,9%	4,2%
NITRETADOS B – MÉD.	28,5%	55,6%	73,3%	82,9%	88,9%	92,6%
NITRETADOS B - D.P.	5,0%	6,0%	4,5%	4,0%	3,3%	2,5%
VARIAÇÃO	5,4%	4,5%	6,1%	4,4%	3,4%	2,4%

FACE M						
Parâmetro ( $\mu\text{m}$ ) →	$R_a$	$R_y$	$R_z$	$R_{\text{max}}$	$R_{\text{pm}}$	$R_p$
ÑÑ DEPOIS /B - MÉDIAS	0,71	12,1	6,34	11,43	2,6	5,31
ÑÑ DEPOIS /B - D.P.	0,08	2,51	0,76	2,29	0,68	2,36
NITRETADOS B – MÉD.	0,45	8,19	4,36	7,82	1,65	3,33
NITRETADOS B - D.P.	0,05	2,20	0,71	2,27	0,40	1,57
VARIAÇÃO	-26,0%	-32,3%	-31,2%	-31,6%	-36,5%	-37,3%
Parâmetro →	$t_p$ (-1)	$t_p$ (-2)	$t_p$ (-3)	$t_p$ (-4)	$t_p$ (-5)	$t_p$ (-6)
ÑÑ DEPOIS /B - MÉDIAS	36,3%	80,1%	95,3%	98,5%	99,3%	99,6%
ÑÑ DEPOIS /B - D.P.	10,6%	11,8%	3,8%	2,1%	1,6%	1,3%
NITRETADOS B – MÉD.	66,1%	97,0%	99,4%	99,9%	100%	100%
NITRETADOS B - D.P.	8,1%	2,7%	1,0%	0,3%	0,0%	0,0%
VARIAÇÃO	82,2%	21,1%	4,3%	1,4%	0,8%	0,4%



TABELA 4.13 – Rugosidade do Aço 1,5Mo-0,5C antes e depois da Nitretação com o Gás C

FACE P						
Parâmetro ( $\mu\text{m}$ ) →	$R_a$	$R_y$	$R_z$	$R_{\text{max}}$	$R_{\text{pm}}$	$R_p$
ÑN DEPOIS /C - MÉDIAS	2,05	21,53	15,58	20,78	4,72	9,47
ÑN DEPOIS /C - D.P.	0,24	4,77	2,06	4,42	1,79	4,97
NITRETADOS C – MÉD.	1,67	22,12	15,31	21,04	3,69	5,65
NITRETADOS C - D.P.	0,19	2,97	2,02	2,59	1,26	3,05
VARIAÇÃO	-18,6%	2,8%	-1,8%	1,2%	-21,8%	-40,4%
Parâmetro →	$t_p$ (-1)	$t_p$ (-2)	$t_p$ (-3)	$t_p$ (-4)	$t_p$ (-5)	$t_p$ (-6)
ÑN DEPOIS /C - MÉDIAS	21,6%	40,5%	54,3%	65,4%	74,9%	82,5%
ÑN DEPOIS /C - D.P.	5,1%	4,8%	7,0%	7,7%	7,0%	6,2%
NITRETADOS C – MÉD.	25,3%	54,0%	71,4%	81,4%	87,5%	91,6%
NITRETADOS C - D.P.	4,0%	7,4%	7,5%	5,7%	4,4%	3,2%
VARIAÇÃO	16,9%	33,4%	31,4%	24,5%	16,9%	11,1%

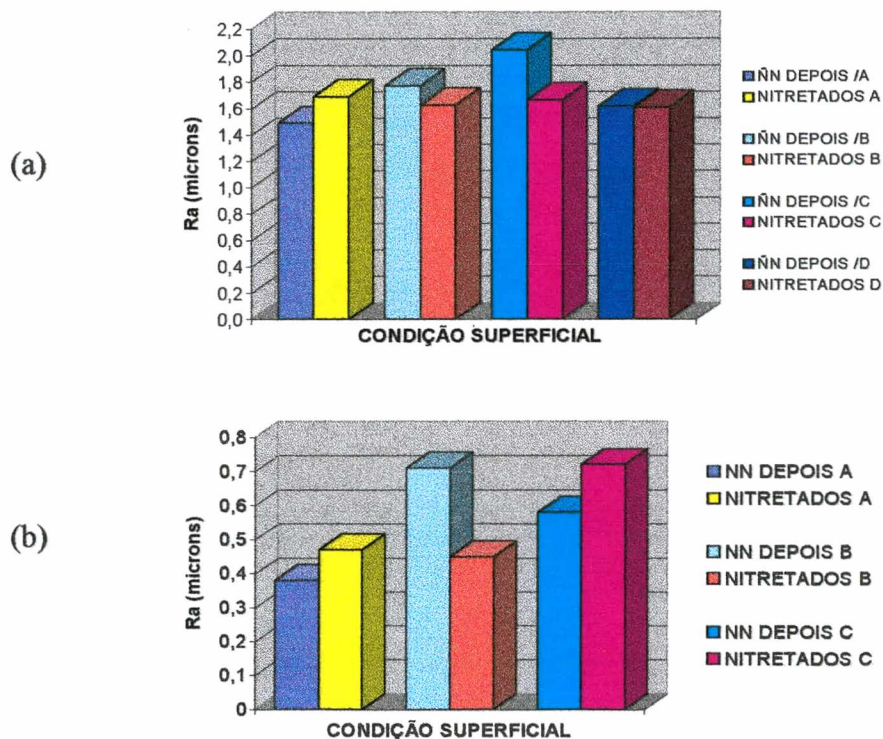
FACE M						
Parâmetro ( $\mu\text{m}$ ) →	$R_a$	$R_y$	$R_z$	$R_{\text{max}}$	$R_{\text{pm}}$	$R_p$
ÑN DEPOIS /C - MÉDIAS	0,58	12,03	5,68	11,57	2,78	6,74
ÑN DEPOIS /C - D.P.	0,11	2,05	0,93	2,27	0,79	2,02
NITRETADOS C – MÉD.	0,72	9,66	6,0	9,37	2,39	3,57
NITRETADOS C - D.P.	0,14	2,1	0,86	2,08	0,74	1,32
VARIAÇÃO	24,1%	-19,7%	5,6%	-19,0%	-14,0%	-47,0%
Parâmetro →	$t_p$ (-1)	$t_p$ (-2)	$t_p$ (-3)	$t_p$ (-4)	$t_p$ (-5)	$t_p$ (-6)
ÑN DEPOIS /C - MÉDIAS	36,6%	72,3%	89,9%	94,4%	98,1%	99,1%
ÑN DEPOIS /C - D.P.	27,5%	30,5%	20,9%	16,2%	5,9%	2,7%
NITRETADOS C – MÉD.	38,0%	75,3%	93,7%	98,6%	99,5%	99,7%
NITRETADOS C - D.P.	16,0%	18,9%	6,9%	1,9%	1,0%	0,8%
VARIAÇÃO	3,7%	4,2%	4,2%	4,4%	1,4%	0,6%

TABELA 4.14 – Rugosidade do Aço 1,5Mo-0,5C antes e depois da Nitretação com o Gás D

FACE P						
Parâmetro ( $\mu\text{m}$ ) →	$R_a$	$R_y$	$R_z$	$R_{\text{max}}$	$R_{\text{pm}}$	$R_p$
ÑN DEPOIS /D - MÉDIAS	1,62	18,87	13,05	18,23	2,81	-
ÑN DEPOIS /D - D.P.	0,43	3,65	2,19	3,90	0,48	-
NITRETADOS D – MÉD.	1,61	20,30	14,20	19,75	3,22	4,33
NITRETADOS D - D.P.	0,35	3,49	2,30	3,64	0,51	0,73
VARIAÇÃO	-0,6%	7,6%	8,8%	8,3%	14,6%	-
Parâmetro →	$t_p$ (-1)	$t_p$ (-2)	$t_p$ (-3)	$t_p$ (-4)	$t_p$ (-5)	$t_p$ (-6)
ÑN DEPOIS /D - MÉDIAS	33,9%	61,0%	75,0%	83,3%	88,6%	91,7%
ÑN DEPOIS /D - D.P.	9,8%	10,4%	8,1%	6,5%	5,7%	4,7%
NITRETADOS D – MÉD.	26,0%	57,0%	75,0%	83,0%	89,0%	92,0%
NITRETADOS D - D.P.	6,0%	10,0%	7,0%	6,0%	5,0%	4,0%
VARIAÇÃO	-23,3%	-6,6%	0,0%	-0,4%	0,5%	0,3%



As Figuras 4.60 e 4.61 ilustram graficamente o efeito dos tratamentos sobre os valores médios dos parâmetros  $R_a$  (rugosidade média aritmética) e  $R_{pm}$  (profundidade média de alisamento, representando a média das distâncias entre o pico mais alto e a linha de referência [linha média] do perfil) no aço 1,5Mo-0,5C.



**FIG. 4.60** – Efeito da nitretação por plasma sobre o parâmetro de rugosidade  $R_a$  no aço sinterizado 1,5Mo-0,5C: (a) faces P; (b) faces M.

Os valores dos parâmetros de rugosidade para os materiais sinterizados, bastante elevados em comparação com os valores normalmente medidos nos materiais convencionais em condições usuais de acabamento, não causam surpresa, e devem-se essencialmente aos poros que emergem na superfície, ou seja, à porosidade aberta (Bocchini, 1986; Esper & Sonsino, 1994). Este fato é aqui confirmado pelos valores substancialmente menores encontrados nas faces **M** em confronto com as faces **P**, que exibem muito mais poros abertos (cf. Fig. 4.55), bem como pela comparação dos valores de  $R_m$  (relativamente altos, representando profundidades de reentrâncias – Tabelas 4.5 e 4.6) ou de  $R_p$ ,  $R_{pm}$  (relativamente baixos, representando alturas de picos do perfil – Tabelas 4.5 a 4.14) com os valores correspondentes de  $R_y$  ou  $R_{max}$ , que traduzem distâncias verticais entre picos e vales.

Bocchini (1986) observa que valores elevados de um parâmetro tradicional de rugosidade como  $R_a$ , que poderiam ser altamente nocivos em materiais não porosos (pois corresponderiam provavelmente a picos elevados na superfície), podem ser aceitos em materiais sinterizados sem perigo de problemas tribológicos, uma vez que representam neste caso apenas uma medida indireta da porosidade superficial. Segundo este autor, a experiência mostrou que materiais sinterizados apresentam comportamento melhor que o de materiais similares não porosos, com superfícies de trabalho acabadas por usinagem e exibindo valores de  $R_a$  muito menores que os dos sinterizados.



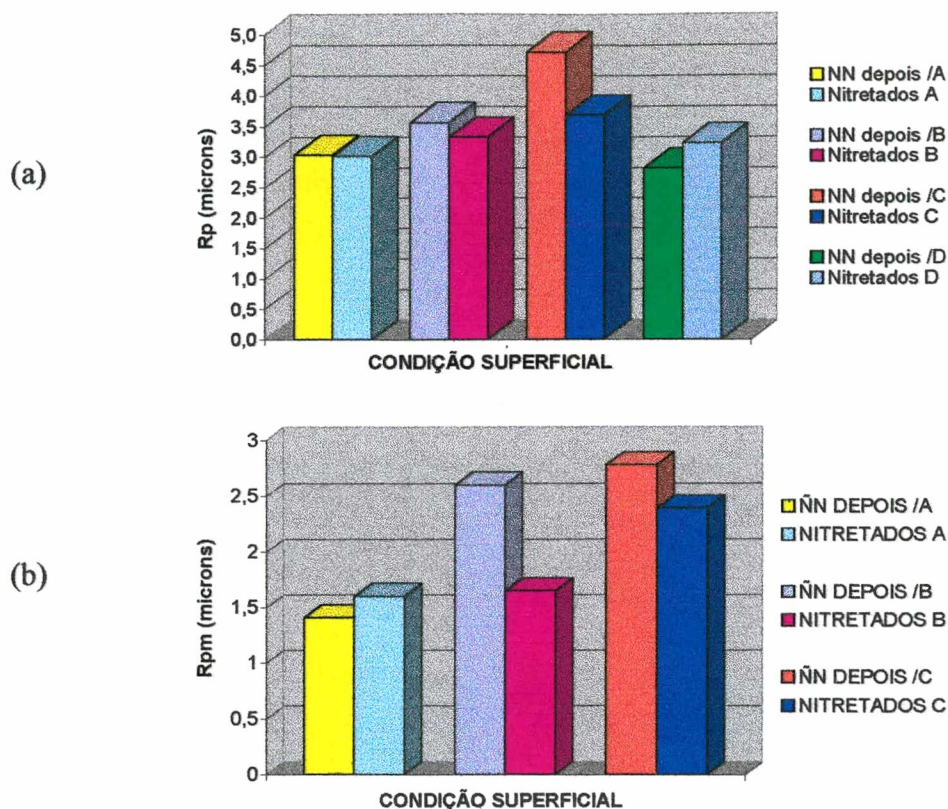


FIG. 4.61 – Efeito da nitretação por plasma sobre o parâmetro de rugosidade  $R_{pm}$  no aço sinterizado 1,5Mo-0,5C: (a) faces P; (b) faces M.

Esper e Sonsino (1994) desaconselham o uso dos parâmetros tradicionais de rugosidade para aços sinterizados, dando preferência à determinação da curva de suporte do perfil (curva de Abbott-Firestone) e de parâmetros a ela relacionados, de acordo com o projeto de especificação DIN 4776 de maio de 1990 (*Rauheitsmessung an Sinterteilen und porigen Oberflächen* – Determinação da rugosidade de peças sinterizadas e superfícies porosas); e advertem que é necessário considerar-se também a forma do perfil obtido para se poder comparar os aços sinterizados com os convencionais em termos de rugosidade.

Quanto ao efeito da nitretação ou carbonitretação por plasma sobre a rugosidade, em aços convencionais os estudos de Katzer e colaboradores (1990) e de Osuch (1994) indicam que depende fortemente da qualidade da superfície antes do tratamento.

Investigando a variação do parâmetro  $R_z$ , Katzer *et alii* (*op. cit.*) concluem que, em geral, para valores baixos da rugosidade inicial,  $R_z$  aumenta após o tratamento sob diversas combinações de parâmetros (temperatura, tempo, pressão, atmosfera, densidade de corrente, etc.); para valores iniciais de  $R_z$  na faixa de 3 a 4  $\mu\text{m}$  ou mais, resulta uma diminuição da rugosidade. Em quase todos os casos, a dispersão dos valores de  $R_z$  aumenta após o tratamento. Eles explicam tais resultados com base no processo de pulverização (*sputtering*) – que, ao mesmo tempo que provoca uma asperificação das superfícies de baixa rugosidade inicial, desgasta mais intensamente os picos mais elevados das superfícies de alta rugosidade – e atribuem também um papel importante aos processos de deposição e crescimento de cristais na superfície.

Osuch (*op. cit.*) investigou a variação do parâmetro  $R_a$  e reporta que, com valores iniciais  $< 0,1 \mu\text{m}$ , ocorre um aumento considerável devido ao tratamento; para valores iniciais maiores, porém, esse aumento se torna menor, mostrando-se insignificante para  $R_a$  inicial  $> 0,4 \mu\text{m}$ .

No caso de materiais sinterizados, os poucos dados disponíveis sobre o efeito da nitretação por plasma na rugosidade são divergentes; p.ex., Borges *et al.* (1995) reportam uma redução de  $R_a$  em dois aços sinterizados após nitretação plásmica a  $540^\circ\text{C}$  por 2 horas com uma atmosfera de  $80\%\text{N}_2/20\%\text{H}_2$ ; Oliveira (1998) relata um aumento de  $R_a$  no ferro puro, com diferentes faixas de tamanho de partícula, pela nitretação a  $570^\circ\text{C}$  por 2 horas em uma mistura  $90\%\text{N}_2/10\%\text{H}_2$ .

No caso do presente estudo, resultados preliminares chegaram a indicar uma certa redução nos parâmetros de rugosidade verticais, especialmente para o tratamento com a mistura C (Costa *et al.*, 1996). Contudo os resultados globais, obtidos com um número substancialmente maior de corpos de prova (Tabelas 4.7 a 4.14) não autorizam uma generalização desta conclusão. De fato, na maioria dos casos constata-se uma piora dos parâmetros de rugosidade (aumento dos parâmetros de rugosidade verticais, medidos em  $\mu\text{m}$ , e redução das percentagens de suporte do perfil,  $t_p$ ) após o tratamento – o que, aliás, parece mais condizente com o aspecto topográfico fortemente verrucoso que as superfícies adquirem (Figuras 4.54 e 4.56).

O exame das Tabelas 4.7 a 4.14, bem como das Figuras 4.60 e 4.61, mostra que as variações de parâmetros devidas aos tratamentos nem sempre são consistentes, qualitativa ou quantitativamente, seja entre dois diferentes parâmetros para a mesma condição, seja para o mesmo parâmetro entre uma face e a outra na mesma condição, seja para o mesmo parâmetro entre diferentes materiais na mesma face e com o mesmo tratamento, etc.

Além disto, é importante notar que as variações de parâmetros entre os diferentes grupos de espécimes não nitretados, bem como os desvios-padrões dos parâmetros, são da mesma ordem de grandeza que as variações conseqüentes aos tratamentos. Isto indica que as variações estatísticas nos parâmetros de rugosidade devidas à porosidade local podem, com considerável probabilidade, superpor-se às variações devidas aos tratamentos, mascarando os resultados medidos dos mesmos.

Pode-se concluir, portanto, que o emprego dos parâmetros tradicionais de rugosidade dificilmente permitirá um discernimento satisfatório do efeito dos tratamentos de nitretação por plasma em materiais ferrosos sinterizados.

Tal conclusão não exclui a possibilidade da utilização de parâmetros de rugosidade *horizontais*, como p.ex. a distância média entre as irregularidades do perfil,  $S_m$ , para se quantificar efeitos da nitretação tais como o fechamento ou redução dos poros superficiais, conforme sugere Oliveira (1998).



### 4.3 – EFEITO DA NITRETAÇÃO POR PLASMA SOBRE AS PROPRIEDADES MECÂNICAS

#### 4.3.1 – Tração Uniaxial

Curvas típicas de escoamento obtidas para o ferro puro e o aço ao Mo na condição tal como sinterizada (sem nitretação) são mostradas na Fig. 4.62. Todas as amostras de ferro, nitretadas ou não, manifestaram o fenômeno do cedimento plástico descontínuo (patamar de escoamento), comportamento também relatado por Exner e Pohl (1975) e Straffelini *et alii* (1994) a respeito deste mesmo tipo de material. De um modo geral os espécimes nitretados forneceram curvas mais curtas, mas essencialmente com a mesma forma que os não tratados.

O aço não apresentou um cedimento plástico definido, mas um escoamento muito gradual, com alta taxa de encruamento inicial. Tal comportamento também foi observado por Straffelini e colaboradores (*ibid.*) em um aço sinterizado heterogêneo do tipo Distaloy AE, sendo associado à presença de regiões vizinhas com diferentes microestruturas e durezas locais; o efeito concentrador de tensões e deformações dos poros, aliado à restrição imposta pelas fases duras presentes, induziriam um escoamento local antecipado nas fases macias, o qual seria responsável pelo escoamento contínuo do agregado macroscópico. Embora o aço aqui estudado possua uma microestrutura muito menos heterogênea do que o Distaloy AE, é constituído basicamente de duas fases (ferrita e carbonetos) de durezas muito diferentes, e a nível microscópico provavelmente se comporta, em tração, de modo qualitativamente similar ao daquela liga.

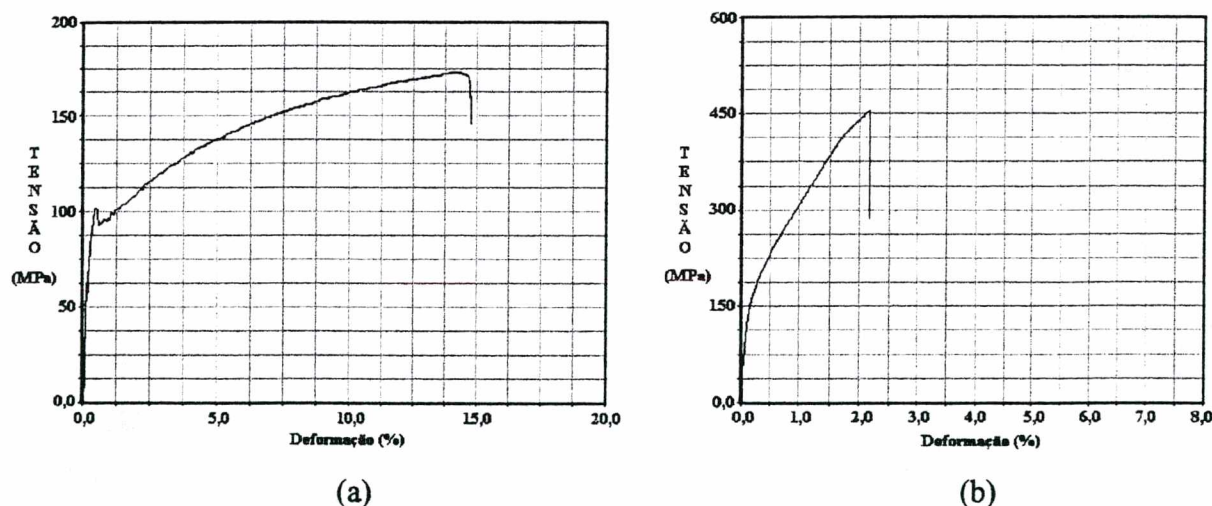


FIG. 4.62 – Curvas típicas (convencionais) de escoamento em tração dos materiais na condição tal como sinterizada: (a) ferro; (b) aço 1,5Mo-0,5C.

As tentativas de determinar graficamente o limite de escoamento do aço através da intersecção da curva com retas paralelas ao trecho linear inicial forneceram resultados extremamante divergentes de um espécime para outro, de modo que se optou por não quantificar este limite no caso do aço. No caso do ferro, o limite de escoamento apresentado corresponde ao valor do limite inferior, ou seja, o mínimo da curva logo após o primeiro pico de escoamento.

Os valores determinados – limite de escoamento (LE), limite de resistência (LR) e alongamento na fratura medido no CP (AF) no caso do ferro; LR e AF no caso do aço – estão

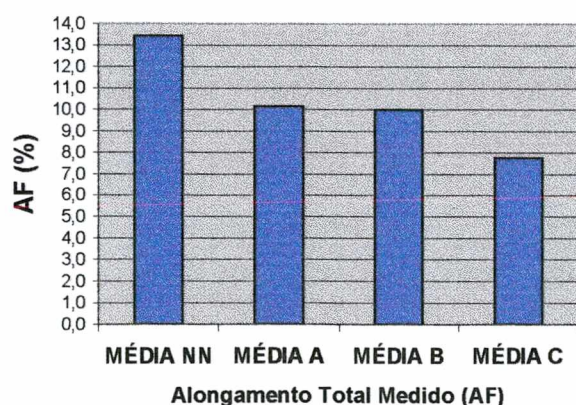
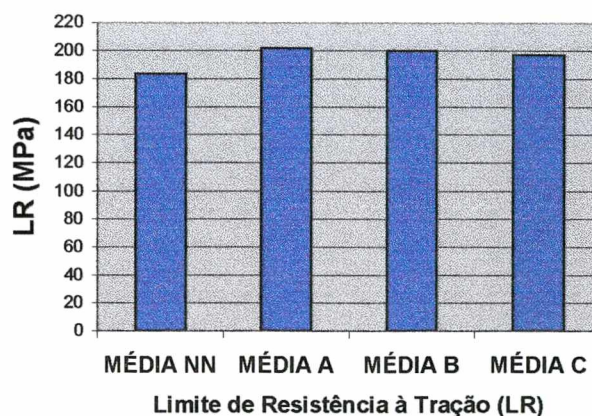
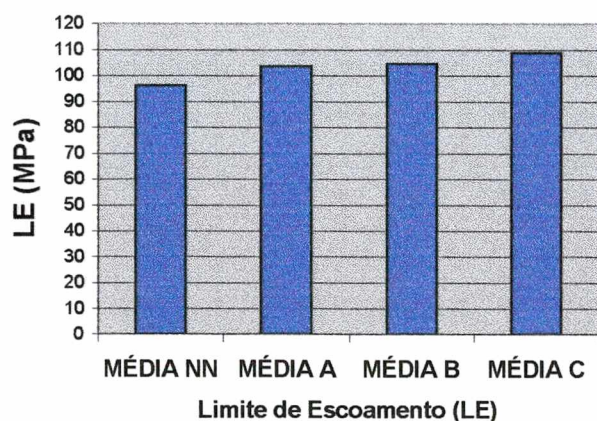
apresentados nas Tabelas 4.15 e 4.16, respectivamente, em termos de média  $\pm$  desvio-padrão amostral, para cada condição superficial investigada. As Figuras 4.63 e 4.64 comparam os valores médios das propriedades medidas.

**TABELA 4.15 – Propriedades de Tração do Ferro Sinterizado**

CONDIÇÃO ↓	LE (MPa)	LR (MPa)	AF (%)
Não Nitretada	96,3 $\pm$ 7,8	184 $\pm$ 28,4	13,5 $\pm$ 2,6
Nitretada A	104 $\pm$ 9,3	202 $\pm$ 19,4	10,1 $\pm$ 1,7
Nitretada B	105 $\pm$ 9,8	200 $\pm$ 17,8	10,0 $\pm$ 2,5
Nitretada C	109 $\pm$ 8,2	197 $\pm$ 21,5	7,8 $\pm$ 2,6

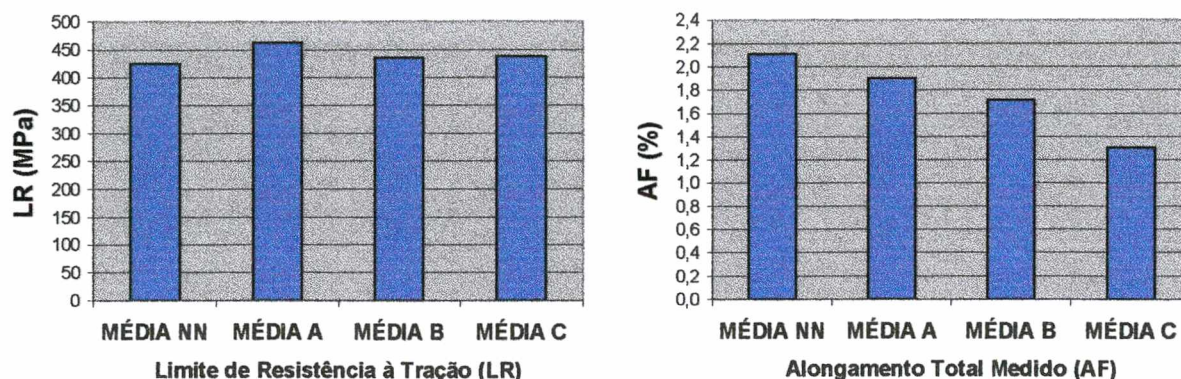
**TABELA 4.16 – Propriedades de Tração do Aço 1,5Mo-0,5C Sinterizado**

CONDIÇÃO ↓	LR (MPa)	AF (%)
Não Nitretada	426 $\pm$ 56,6	2,1 $\pm$ 0,6
Nitretada A	463 $\pm$ 4,4	1,9 $\pm$ 0,4
Nitretada B	436 $\pm$ 21,3	1,7 $\pm$ 0,4
Nitretada C	438 $\pm$ 34,1	1,3 $\pm$ 0,2



**FIG. 4.63** – Valores médios obtidos para o limite de escoamento, limite de resistência e alongamento na fratura do ferro sinterizado nas condições não tratada (NN), nitretada com mistura pobre em nitrogênio (A) e com teor médio de nitrogênio (B) e carbonitretada (C).





**FIG. 4.64** – Valores médios obtidos para o limite de resistência e alongamento na fratura do aço sinterizado nas condições não nitretada (NN) e nitretada com as misturas A, B e C.

Em linhas gerais, os tratamentos de nitretação parecem promover um aumento, embora moderado, na resistência mecânica.

Este efeito mostra-se mais nítido no caso do limite de escoamento do ferro puro. Em termos de valores médios, observa-se um aumento de cerca de 8%, 9% e 13% no limite de escoamento, e da ordem de 10%, 9% e 7% no limite de resistência, com relação à condição não nitretada, para o ferro tratado com as misturas gasosas A, B e C, respectivamente.

Dada a dispersão dos resultados, não é possível distinguir claramente os efeitos das misturas A (5 %  $N_2$ ) e B (25 %  $N_2$ ); a mistura carbonitretante, C, parece ter uma influência mais clara no sentido do aumento do limite de escoamento, mas não do limite de resistência.

No caso do aço ao Mo, os resultados indicam um aumento pequeno do limite de resistência em decorrência da nitretação, um pouco maior para o tratamento com a mistura A (9%) do que com as misturas B e C (2% e 3% respectivamente). Dado que apenas 6 CP foram ensaiados em cada condição, não é possível estabelecer-se uma distinção mais clara entre os efeitos individuais de cada uma.

Os aumentos de resistência observados provavelmente se devem ao endurecimento superficial causado pelos processos de nitretação. Uma vez que estes processos afetam apenas uma camada fina do material, seu efeito deve aumentar com a diminuição da espessura da peça tratada. Dawes (1990) ressalta o potencial de utilização da carbonitretação para o aumento da resistência de componentes fabricados a partir de chapas de aço, o qual é tanto mais significativo quanto mais fina for a secção. Ele relata que, para aços não ligados, um aumento notável de resistência ao escoamento e à fadiga é obtido quando o tratamento por plasma é seguido de um resfriamento rápido que mantém a maior parte do nitrogênio difundido para o interior do material em solução sólida supersaturada; mas adverte que, neste caso, aquecimentos acima de 150°C já podem levar à perda de resistência.

Quanto à ductilidade, em ambos os materiais a influência da nitretação é bastante clara no sentido de reduzir o alongamento à fratura com respeito à condição não nitretada. Enquanto que o efeito das misturas A e B pode ser considerado quase equivalente (redução de 25 a 26 % no alongamento à fratura para o ferro, e de 10 a 19 % para o aço), o tratamento de carbonitretação (C) leva a uma diminuição bem mais significativa da ductilidade (da ordem de 40 % para ambos os materiais). Esta maior perda de ductilidade pode ser uma causa do aumento relativamente pequeno ocasionado por esta mistura no limite de resistência (em contraste, por exemplo, com o maior incremento que ela produz no limite de escoamento do ferro).



Estes resultados concordam com as observações (cf. item 2.3.6) de Edenhofer (1974, Part 2) sobre a ductilidade das camadas nitretadas por plasma, a qual se mostra comparativamente menor no caso de carbonitretação (zona compósita com predominância de fase  $\epsilon$ ), intermediária com os tratamentos que produzem zona compósita de fase  $\gamma'$ , e maior com os tratamentos que não produzem camada de compostos. É interessante lembrar também a conclusão de Bocchini e co-autores (1990), de que a ductilidade dos sinterizados, embora reduzida pela nitretação plásmica, pode se manter em valores ainda adequados para aplicações confiáveis, desde que o material do núcleo seja suficientemente tenaz, e com densidade não inferior a  $7,0 \text{ g/cm}^3$ .

Cabe ainda menção aos trabalhos de Qian e colaboradores (1993; 1995), em que a perda de ductilidade em aços convencionais nitretados por plasma é atribuída à diferença de limite de escoamento e de coeficiente de Poisson entre o material da camada nitretada e o do núcleo da peça, de modo que uma deformação que cause escoamento plástico no material do núcleo, enquanto a camada nitretada ainda está se comportando elasticamente, faz o núcleo se contrair nas direções transversais mais do que a camada, visto o seu coeficiente de Poisson ( $\nu = 0,5$  no regime plástico) ser maior que o da camada ( $\nu \approx 0,3$  no regime elástico), resultando em tensões transversais. Isto produziria trincas na camada já para pequenas deformações, provocando concentração de tensões no núcleo e levando à ruptura sem grande alongamento.

Um mecanismo similar poderia explicar a perda de ductilidade após a nitretação em materiais sinterizados como os aqui investigados; mas cabe ponderar que a baixa ductilidade da camada nitretada, concomitante ao seu endurecimento, já ocasiona por si só a iniciação de trincas com pequena deformação imposta, reduzindo assim a ductilidade do material como um todo.

#### 4.3.2 – Fadiga em Flexão Plana

Conforme descrito no Cap. 3, os níveis de tensão máxima ( $S_{max}$ ) adotados nos ensaios de fadiga sob flexão plana foram selecionados de tal modo que o número de ciclos até a fratura ( $N$ ) se situasse na faixa de  $10^4$  a  $2 \times 10^6$ , isto é, na faixa de vida finita (fadiga mesocíclica e policíclica). Nesta faixa é usual assumir-se, na maioria dos casos, que a relação  $\log S_{max}$  versus  $\log N$  é aproximadamente linear, ou seja, a curva de Wöhler ( $S_{max}$  versus  $N$  em escalas logarítmicas) pode ser representada por uma linha reta, dada uma mesma probabilidade de sobrevivência (na faixa de 10% a 90%) para cada nível de tensão (Sonsino, 1990; Esper & Sonsino, 1994).

Segundo estes autores (*ibid.*), uma extensa experiência mostra que se pode admitir uma distribuição normal para os logaritmos dos números de ciclos até o falhamento em materiais metálicos, isto é, a vida em fadiga apresenta uma distribuição log-normal.

Com base nesta suposição, e admitindo-se ainda que

- os ensaios foram executados de acordo com uma metodologia de planejamento estatisticamente adequada, sobre amostras aleatórias de tamanho razoável e com uma percentagem elevada de replicação (define-se % replicação =  $100 [1 - (\text{número total de diferentes níveis de tensão usados nos ensaios})/(\text{número total de espécimes ensaiados})]$ ) (STP 588, ASTM, 1975, Cap. 3);
- resultados considerados como de vida infinita (*runouts*) não estão incluídos; e
- a variância da distribuição log-normal de  $N$  não se altera substancialmente em todo o intervalo da variável independente ( $\log S_{max}$ , neste caso) considerado,

então é aplicável a análise estatística descrita na norma ASTM E 739 (1991), a qual permite estimar-se os parâmetros  $A$  e  $B$  da equação



$$\log N = A + B \log S_{max} \quad (4.1).$$

Mais precisamente, esta equação pode ser escrita como  $\mu_{Y|X} = A + BX$ , onde  $\mu_{Y|X}$  é o valor esperado de  $Y = \log N$  dado  $X = \log S_{max}$ , e representa uma curva mediana de  $Y$  em função de  $X$ .

A mesma norma descreve procedimentos para se estabelecer intervalos de confiança para os parâmetros  $A$  e  $B$  com níveis de probabilidade de 90% e de 95%, e para se testar a adequação do modelo linear assumido.

No presente trabalho os níveis de replicação para as diferentes combinações de material e condição nitretada investigadas ficaram entre 77 e 88%, bem acima, portanto, dos níveis mínimos recomendados na STP 588 (*loco cit.*), que são de 33 a 50% para ensaios de pesquisa e desenvolvimento de componentes e corpos de prova.

Dada a metodologia aqui empregada – descrita no Cap. 3 – para a seleção e agrupamento dos CP e o planejamento da sequência de ensaios, bem como o fato de que a dispersão observada nos resultados se manteve sempre dentro da mesma ordem de grandeza, admitiu-se que os requisitos do modelo de análise da citada norma E 739 foram atendidos.

Assim, este modelo foi utilizado para analisar os resultados obtidos de fadiga em flexão plana, fornecendo estimativas dos parâmetros  $A$  e  $B$  e de seus respectivos intervalos de confiança para as oito combinações de material e condição superficial investigadas. O teste de adequação do modelo linear foi aplicado sempre que cabível (isto é, quando eram mais de dois os níveis de tensão investigados), e confirmou em todos os casos que a suposição de linearidade no intervalo investigado era aceitável.

As tabelas 4.17 e 4.18 apresentam as estimativas dos parâmetros  $A$  e  $B$  e de seus respectivos intervalos ( $\sigma'_A$  e  $\sigma'_B$ ) associados ao nível de 95% de confiança, bem como o valor esperado de resistência à fadiga  $S_{max}$  correspondente a uma vida média de  $N = 10^5$  ciclos, e a diferença percentual deste valor com respeito à condição não nitretada.

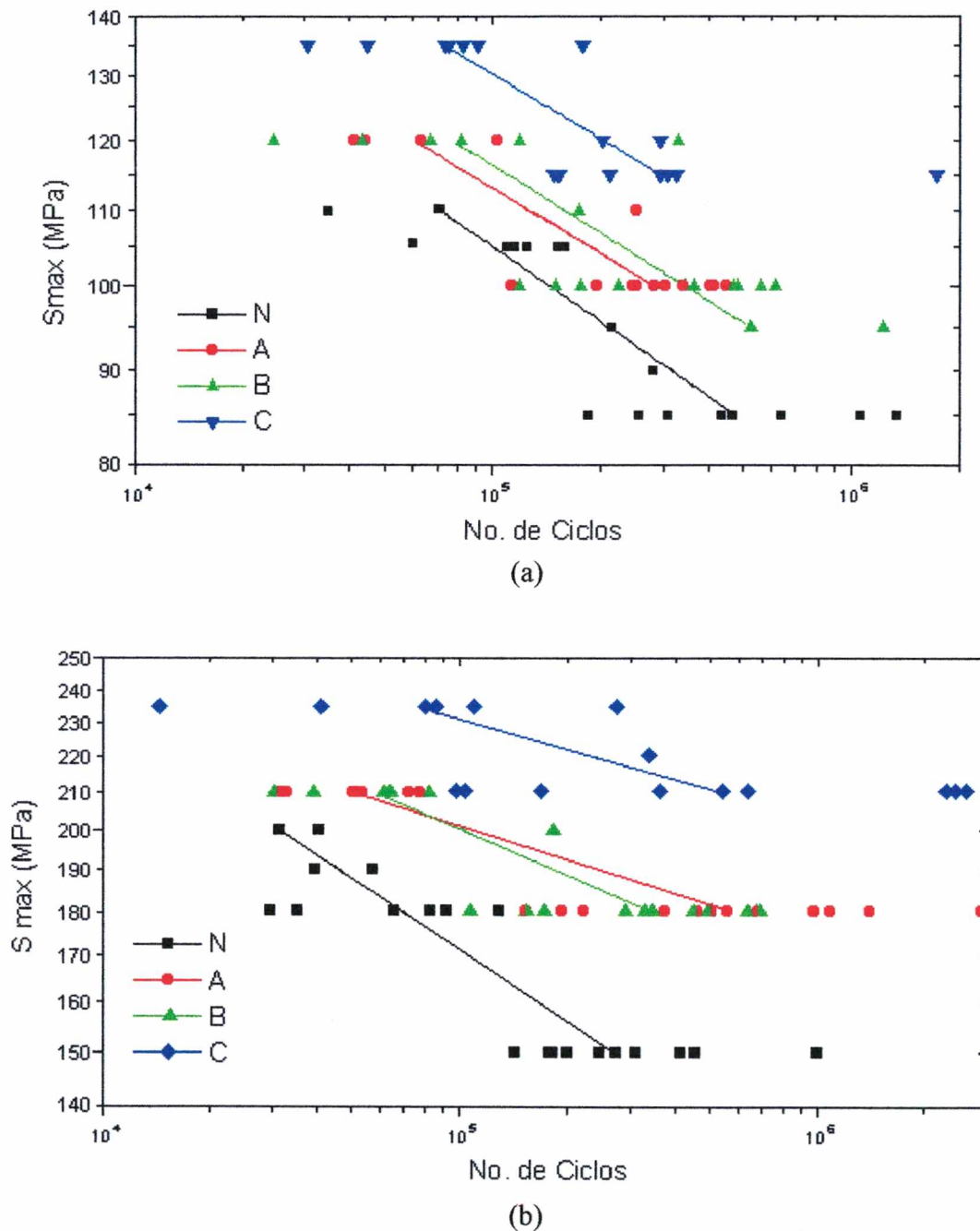
**Tabela 4.17 – Resultados de Fadiga em Flexão Plana para o Ferro Sinterizado**

CONDIÇÃO ↓	$A \pm \sigma'_A$ (95%)	$B \pm \sigma'_B$ (95%)	$S_{max}$ ( $10^5$ ciclos) (MPa)	Diferença com respeito à condição NN
<b>Não Nitretada</b>	$20,0171 \pm 5,0727$	$-7,4289 \pm 2,5673$	105,1	-
<b>Nitretada A</b>	$22,5551 \pm 6,1490$	$-8,5506 \pm 3,0278$	113,0	+7,56%
<b>Nitretada B</b>	$21,9710 \pm 7,9407$	$-8,2167 \pm 3,9074$	116,3	+10,7%
<b>Nitretada C</b>	$23,1779 \pm 10,8310$	$-8,5959 \pm 5,1822$	130,2	+24,0%

**Tabela 4.18 – Resultados de Fadiga em Flexão Plana para o Aço 1,5Mo-0,5C Sinterizado**

CONDIÇÃO ↓	$A \pm \sigma'_A$ (95%)	$B \pm \sigma'_B$ (95%)	$S_{max}$ ( $10^5$ ciclos) (MPa)	Diferença com respeito à condição NN
<b>Não Nitretada</b>	$21,7584 \pm 5,5165$	$-7,5021 \pm 2,4861$	171,3	-
<b>Nitretada A</b>	$41,1458 \pm 12,3771$	$-15,6942 \pm 5,4306$	201,0	+17,3%
<b>Nitretada B</b>	$31,6337 \pm 9,4323$	$-11,5720 \pm 4,1337$	200,3	+16,9%
<b>Nitretada C</b>	$47,3449 \pm 29,5468$	$-17,9184 \pm 12,6094$	230,8	+34,7%

A Figura 4.65 mostra os principais resultados experimentais obtidos, bem como as respectivas curvas medianas  $S-N$  de acordo com a equação 4.1, com os valores de  $A$  e  $B$  dados nas Tabelas 4.17 e 4.18.



**FIG. 4.65** – Resultados dos ensaios de fadiga em flexão plana e curvas medianas  $S-N$ : (a) para o ferro sinterizado nas condições não nitretada (N), e nitretada com as misturas gasosas A, B e C; (b) para o aço 1,5Mo-0,5C sinterizado nas condições não nitretada (N), e nitretada com as misturas gasosas A, B e C.



Constata-se claramente que todos os tratamentos por plasma aumentam a vida média em fadiga para um dado nível de tensão máxima, e elevam a resistência à fadiga para um dado número de ciclos, com relação ao material não tratado.

Dos três tratamentos considerados, o de carbonitretação (mistura C) se mostra o mais eficiente, mormente no caso do aço, para o qual os *runouts* observados nos ensaios preliminares sugerem que o limite de fadiga deve ser da ordem de 200 MPa na condição C, nível de tensão em que a vida média esperada para a condição não nitretada é de cerca de 31.000 ciclos. Os efeitos dos tratamentos A e B são praticamente indistinguíveis em cada material. Todos os efeitos, porém, são mais pronunciados no aço ao Mo do que no ferro puro.

Quanto à dispersão verificada nos resultados, cabe ter em mente que mesmo em materiais convencionais, os resultados dos ensaios de fadiga apresentam normalmente uma margem de dispersão relativamente grande, daí a recomendação de se ensaiarem várias amostras e se tratar os dados estatisticamente. No caso dos materiais sinterizados, com sua porosidade imanente, é de se esperar uma dispersão igual ou ainda mais acentuada, especialmente se características como a densidade, composição química e uniformidade da porosidade não forem mantidas dentro de limites estreitos. Esper e Sonsino (1994) assinalam que, com a observância de tolerâncias mais rigorosas do que as usuais, mas ainda econômica e industrialmente viáveis, nos parâmetros do material e da produção, e com uma monitoração adequada do processo de fabricação, a dispersão nas propriedades de fadiga dos materiais sinterizados se torna similar à observada nos aços estruturais e revenidos, e menor do que a dos ferros fundidos.

No caso presente, com a variação de densidade constatada entre os diversos espécimes e a presença de poros isolados com tamanho bem acima da média, como os que foram detectados em algumas amostras, as faixas de dispersão observadas não surpreendem. Não obstante, ficou nitidamente caracterizado o efeito dos tratamentos termoquímicos sobre o comportamento à fadiga.

Como se mencionou no item 2.3.6, é fato bem estabelecido que o aumento na resistência à fadiga conseqüente à nitretação decorre do efeito conjunto do endurecimento superficial e da formação de tensões residuais compressivas na zona de difusão. Em geral, não se observa uma correlação direta entre o nível de tensão residual e o nível de microdureza.

Como se viu no caso presente, o endurecimento devido à nitretação plásmica no ferro puro fica limitado praticamente à camada compósita, em virtude, provavelmente, do tamanho relativamente grande dos precipitados de nitretos na zona difusiva. Por outro lado, a precipitação de nitretos de ferro produz microtensões residuais (Mittlemeijer *et al.*, 1980a, 1980c; Delhez *et al.*, 1987) e, segundo Mittlemeijer (1983), este material apresenta um endurecimento cíclico durante o processo de fadiga, que na condição nitretada é favorecido pela interação de discordâncias com os precipitados de  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  (Preston, 1993), e contribui para aumentar o nível das tensões residuais microscópicas. Assim pode-se admitir como provável a existência de tensões residuais compressivas na zona de difusão do ferro, as quais podem ser em grande parte responsáveis pelo aumento observado na resistência à fadiga em comparação com a condição não nitretada.

No caso do aço ao Mo, visto que a parte mais superficial da zona de difusão exhibe um endurecimento significativo, este deve contribuir para o aumento na resistência à fadiga mais do que no ferro, e de fato o aumento observado foi proporcionalmente maior com o aço do que com o ferro na mesma condição nitretada.

Finalmente, o maior incremento na resistência à fadiga ocasionado pela carbonitretação (mistura C) em comparação com os tratamentos A e B está associado aos seguintes fatores:

- maior profundidade da zona de difusão (o que, presumivelmente, corresponde a maior profundidade onde atuam tensões residuais compressivas [Mittlemeijer, 1983; Spies, 1993]);
- maior profundidade de endurecimento (particularmente no caso do aço);

- a presença de camada compósita não só na superfície externa, mas também revestindo poros internos e primitivos contornos de partículas de pó próximos à superfície: conforme assinalam Schnatbaum e co-autores (1993), isto diminui a porosidade média local na faixa mais externa da camada nitretada, tende a arredondar os poros remanescentes e reduz o efeito de entalhe dos mesmos, retardando a iniciação de trincas de fadiga.

#### 4.3.3 – Fadiga em Flexão de Três Pontos

A Tabela 4.19 abaixo apresenta o número de ciclos até a fratura dos corpos de prova (Charpy) submetidos a este modo de carregamento, em termos de média  $\pm$  desvio-padrão amostral. Os níveis de tensão nominal máxima aplicados foram de 160 MPa para o ferro, 200 MPa para o aço ao Mo e 300 MPa para o aço ASTM A 387/5, em todas as condições superficiais (cf. item 3.7.3).

Visto o número relativamente pequeno de CP ensaiados em cada condição (3 a 6 por material), não se pode esperar uma distinção clara nos efeitos das diferentes condições superficiais, ou sequer uma consistência nos resultados, de modo que os dados expostos na Tabela 4.19 têm finalidade meramente informativa. No âmbito geral, o número de ciclos de vida observado variou de 23.000 a 515.000 para o ferro, 51.000 a 304.000 para o aço ao Mo, e 130.000 a 1.512.000 para o aço ASTM A 387/5.

**Tabela 4.19 – Número de Ciclos até a Fratura na Fadiga sob Flexão de Três Pontos**

CONDIÇÃO ↓	Ferro Sinterizado ( $S_{nom}$ ) <sub>max</sub> = 160 MPa	Aço 1,5Mo-0,5C Sinterizado ( $S_{nom}$ ) <sub>max</sub> = 200 MPa	Aço ASTM A 387/5 ( $S_{nom}$ ) <sub>max</sub> = 300 MPa
Não Nitretada	129537 $\pm$ 96930	87413 $\pm$ 21288	696500 $\pm$ 355272
Nitretada A	228548 $\pm$ 173382	94620 $\pm$ 25322	765746 $\pm$ 476956
Nitretada B	145303 $\pm$ 77712	123900 $\pm$ 42635	1001940 $\pm$ 294507
Nitretada C	146894 $\pm$ 86234	130110 $\pm$ 45792	902430 $\pm$ 433800
Nitretada D	50200 $\pm$ 15394	173388 $\pm$ 81948	-
Nitretada E (*)	314457 $\pm$ 238954	162785 $\pm$ 81814	930448 $\pm$ 469509

(\*) para o aço ASTM A 387/5, E corresponde à mistura 90%N<sub>2</sub>/10%H<sub>2</sub>.

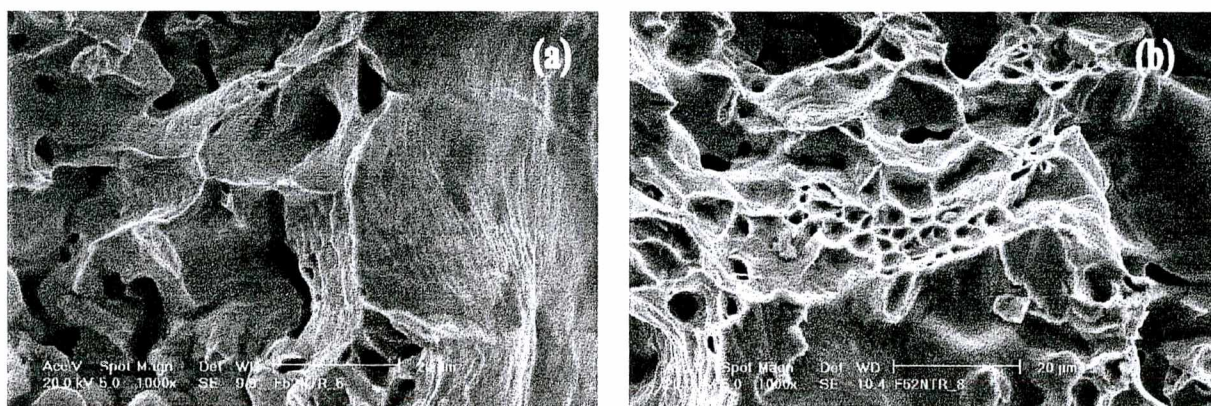


## 4.4 – ANÁLISE FRACTOGRÁFICA

### 4.4.1 – Fractografia de Tração

O ferro não nitretado, com sua matriz monofásica ferrítica, apresenta fratura tipicamente dúctil. Apesar da forma irregular e da heterogeneidade do tamanho dos poros presentes, dando ocasião a estados triaxiais de tensão e a elevadas taxas de deformação nas ligações materiais (*necks*) entre as partículas, a ductilidade da matriz é capaz de relaxar localmente os picos de tensão, promovendo um escoamento plástico generalizado, com um alongamento à fratura macroscópico médio de 13,5 % (cf. item 4.3.1).

O exame da superfície fraturada mostra uma prevalência absoluta do mecanismo dúctil de separação (rasgamento) do material através dos *necks* – portanto pelo menos parcialmente intergranular, uma vez que por aí passam, normalmente, contornos de grão – com estricção total dos mesmos, até restarem apenas cristas, ou arestas, correspondentes à separação final do material (Fig. 4.66 (a)). O material vizinho a essas arestas exibe sinais de intensa deformação plástica, com aspecto fortemente estriado. Em poucos locais esparsos foi detectado o mecanismo de fratura por coalescência de microcavidades formando alvéolos (*dimples*), alguns dos quais continham partículas que, no caso deste material, constituem inclusões de impurezas, não identificadas (Fig. 4.66 (b)).



**FIG. 4.66** – Micromecanismos de fratura em tração no ferro sinterizado não nitretado: (a) rasgamento dúctil (predominante); (b) coalescência de microcavidades (*dimples*).

Em toda a superfície lateral da parte útil dos corpos de prova de ferro, os poros mostram-se alongados na direção de tração, indicando plastificação generalizada; cada grão metálico apresenta uma ou mais famílias de estrias paralelas, que mudam bruscamente de direção através dos contornos de grão, representando assim, com toda probabilidade, traços de planos cristalográficos de deslizamento na superfície livre dos cristais (Fig. 4.67 (a)). Nessa superfície lateral aparecem também microtrincas secundárias, predominantemente intergranulares através dos *necks*, tanto maiores e mais freqüentes quanto mais próximas da trinca principal (Fig. 4.67 (b)), fato também observado por Exner e Pohl (1978). Com ampliações de 15 vezes já se podem ver algumas trincas secundárias maiores, nas vizinhanças da principal, partindo das arestas entre as faces laterais do CP; e alguns espécimes exibem o que parece ser uma pequena estricção macroscópica, imperceptível em todas as demais condições de material e tratamento (Fig. 4.67 (c)).



A terminologia aqui adotada para identificar as trincas secundárias, em conformidade com Chen e co-autores (1995), será: *microtrincas* para aquelas menores que 100  $\mu\text{m}$  de comprimento; *trincas pequenas* para aquelas entre 100 e 500  $\mu\text{m}$ ; e *macrotrincas* para as maiores que 500  $\mu\text{m}$ . Infere-se que as trincas maiores sejam decorrentes não só do crescimento de microtrincas, mas também de sua interação e coalescimento.

Exner e Pohl (*op. cit.*) assinalam que a formação e o crescimento de trincas secundárias contribuem significativamente para o alongamento à fratura em tração do ferro sinterizado.

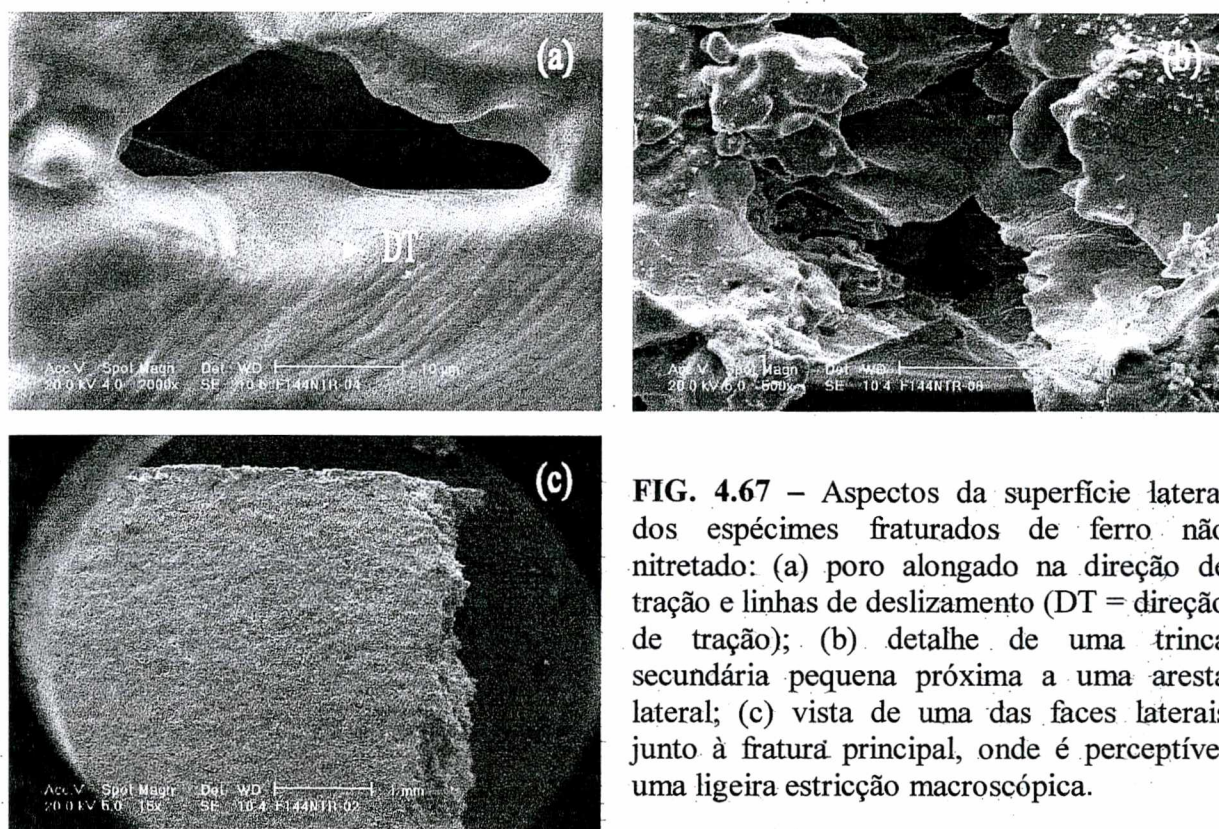
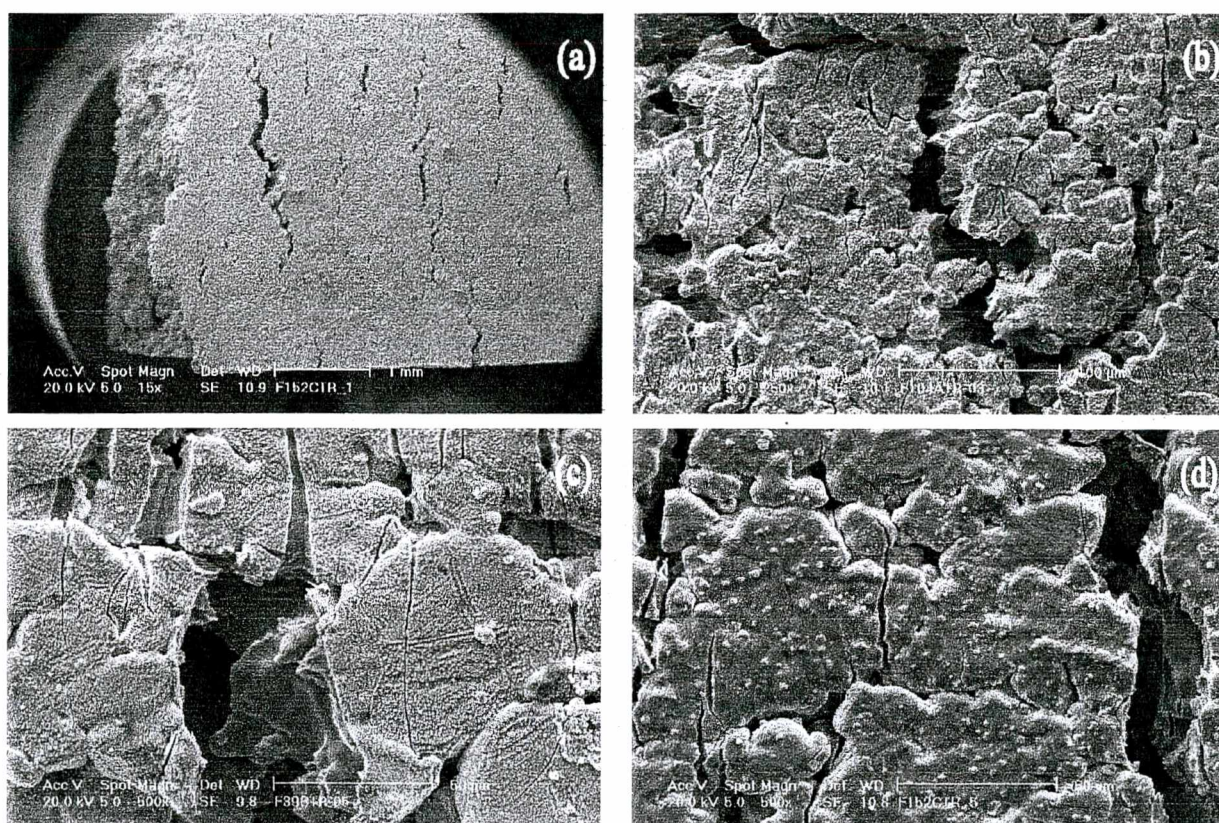


FIG. 4.67 – Aspectos da superfície lateral dos espécimes fraturados de ferro não nitretado: (a) poro alongado na direção de tração e linhas de deslizamento (DT = direção de tração); (b) detalhe de uma trinca secundária pequena próxima a uma aresta lateral; (c) vista de uma das faces laterais junto à fratura principal, onde é perceptível uma ligeira estricção macroscópica.

Os espécimes de ferro nas três condições nitretadas apresentam um grande número de microtrincas transgranulares, em toda a extensão da superfície lateral de sua parte útil (Fig. 4.68), as quais partem dos poros e atravessam parcial ou totalmente uma ou mais partículas vizinhas. Nos primeiros 5 mm a partir da trinca principal, os espécimes nitretados com as misturas A ou B exibem algumas trincas secundárias pequenas e mesmo macrotrincas, estas geralmente partindo das arestas entre as faces laterais da peça, onde as pequenas rebarbas devidas ao processo de compactação possuem irregularidades que funcionam como concentradoras de tensão. Os espécimes carbonitretados (mistura C) mostram uma quantidade muito maior de trincas pequenas e macrotrincas secundárias, algumas visíveis a olho nu, em toda a superfície lateral (Fig. 4.68 (a) e (d)).

A presença dessa grande quantidade de trincas secundárias nos espécimes nitretados é consequência provável das interações elastoplásticas entre a matriz ferrítica, de elevada ductilidade, e a camada branca, frágil e de alto limite de escoamento.



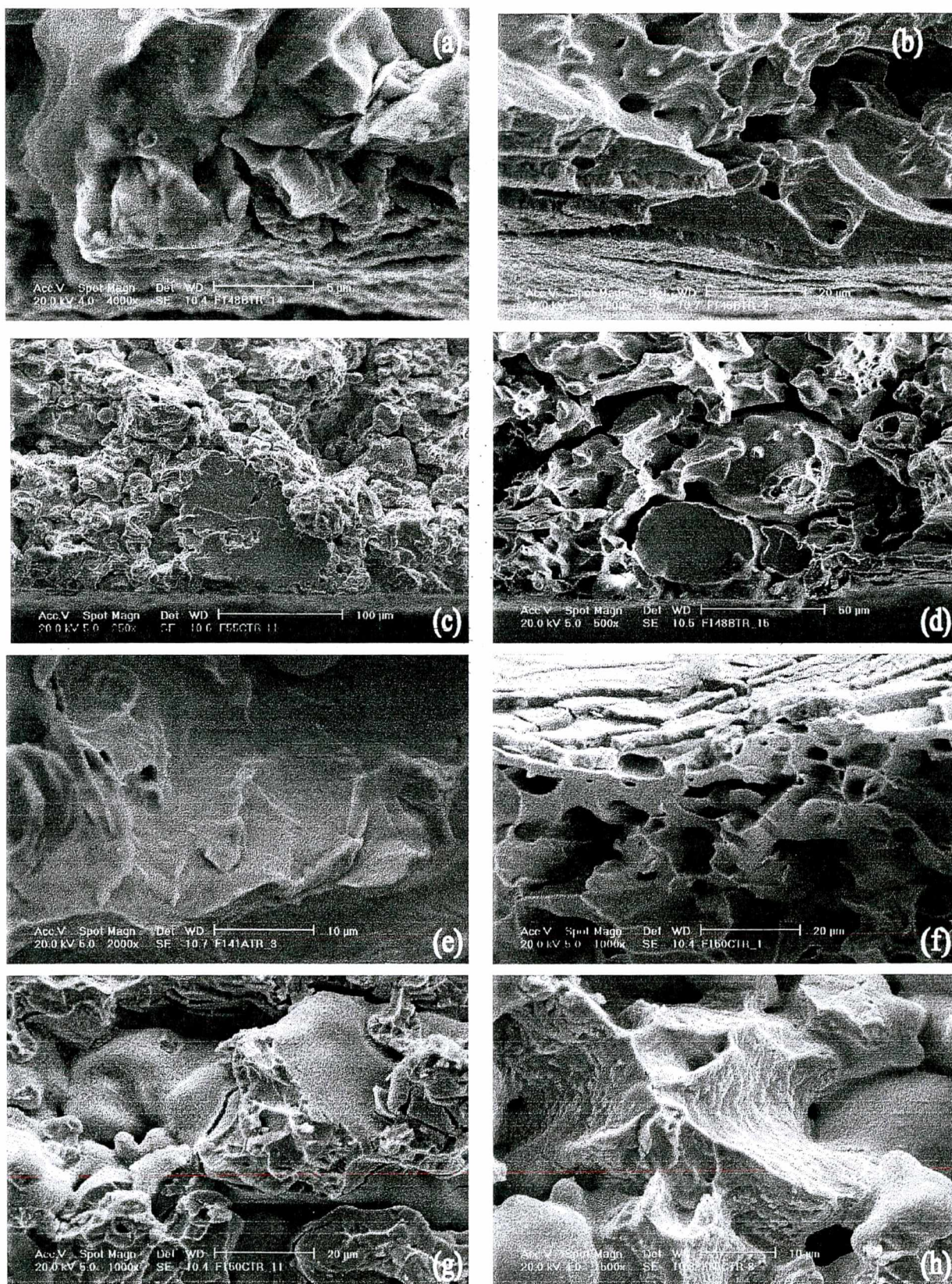


**FIG. 4.68** - Superfície lateral de CP de tração de ferro nitretado: (a) macrotrincas (gás C); (b) pequenas trincas secundárias próximas à fratura principal (gás A); (c) pequenas trincas secundárias a cerca de 10 mm da fratura principal (gás B); (d) idem (gás C).

A superfície de fratura dos corpos de ferro nitretados apresenta aspectos diversos, correspondentes a diferentes micromecanismos de trincamento e que, não raro, coexistem na mesma partícula. A camada de compostos fratura sempre por um mecanismo frágil e, aparentemente, intergranular (Fig. 4.69 (a)). Os grãos imediatamente abaixo desta camada fraturam predominantemente por clivagem transgranular, a qual pode se estender por toda uma partícula e atingir profundidades superiores a 100  $\mu\text{m}$ , especialmente no material carbonitretado (Fig. 4.69 (c) e (d)). Observa-se também, em muitos grãos próximos à superfície e até profundidades da ordem de 150-200  $\mu\text{m}$  (misturas A e B) a 250  $\mu\text{m}$  (mistura C), um mecanismo de fratura intermediário entre frágil e dúctil, com aspecto muito semelhante à quase-clivagem (Dobson, 1985), e que parece ser, pelo menos parcialmente, transgranular (Fig. 4.69 (b), (e), (f) e (h)).

Outra diferença com relação ao ferro não nitretado consiste na maior frequência do mecanismo de fratura por coalescimento de microcavidades, o qual ocorre na camada de difusão, lado a lado com os mecanismos de clivagem e quase-clivagem, desde a região adjacente à camada de compostos, e passa a predominar numa faixa que se estende de cerca de 100 até algumas centenas de  $\mu\text{m}$ . Visto que esta faixa contém grande número de nitretos precipitados, conforme o exame micrográfico revelou (item 4.1.1), conclui-se que estes devem funcionar como pontos de nucleação de microcavidades. Em profundidades maiores a frequência deste mecanismo é semelhante à observada nos espécimes não nitretados.



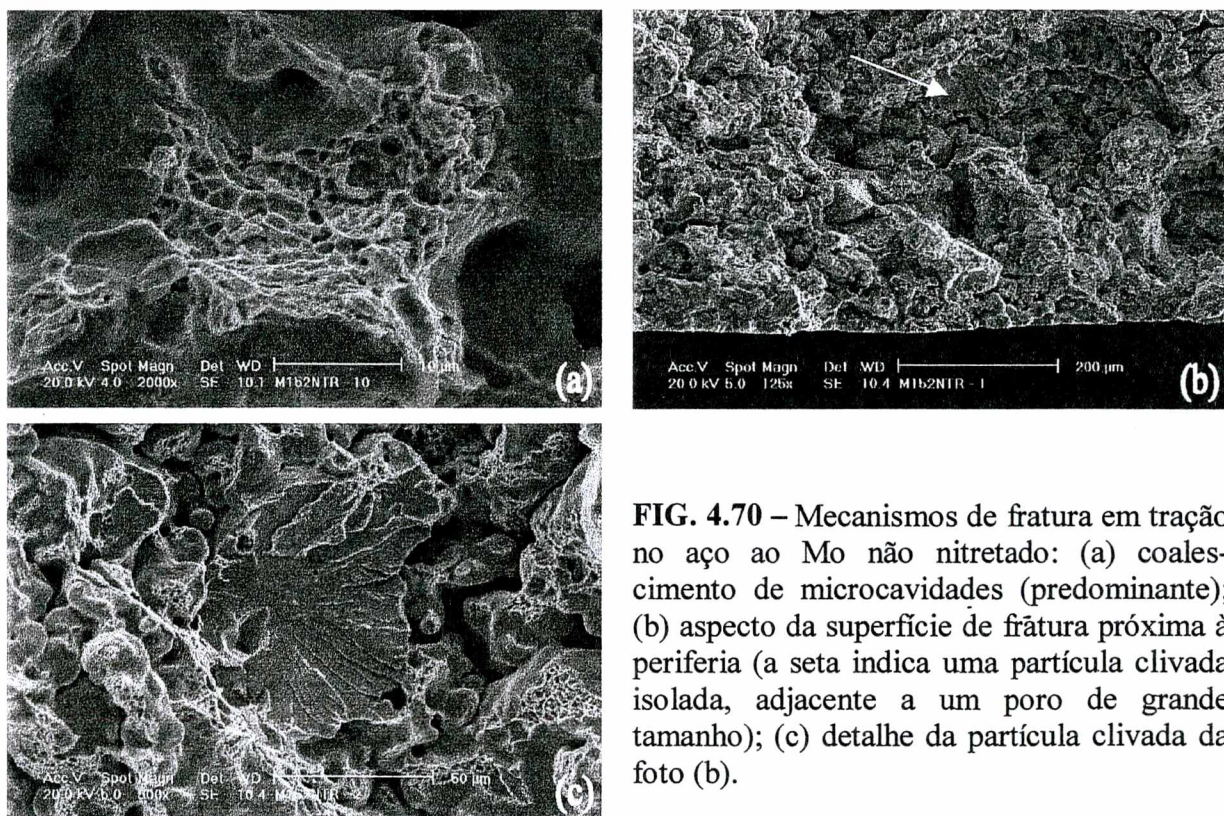


**FIG 4.69** – Fratura em tração do ferro nitretado: (a) camada compósita (gás B); (b) camada compósita e zona de difusão (gás B); (c) periferia com partícula clivada (gás C); (d) idem (gás B); (e) quase-clivagem a 50  $\mu\text{m}$  de profundidade (gás A); (f) camada compósita e zona de difusão (gás C); (g) zona de difusão a 50  $\mu\text{m}$  de profundidade (periferia abaixo), com poros revestidos de nitretos (gás C); (h) detalhe a 200  $\mu\text{m}$  de profundidade (gás C).



A redução da ductilidade macroscópica nas condições nitretadas – especialmente na C – e o aumento na resistência à tração em comparação com a condição não nitretada, estão portanto associados com a operação de micromecanismos de fratura do tipo clivagem, quase-clivagem ou coalescimento de microcavidades na camada nitretada.

No aço ao Mo não nitretado predomina a fratura através dos *necks* por coalescimento de microcavidades (Fig. 4.70 (a)), nucleadas provavelmente junto aos precipitados de carbonetos da matriz bainítica. A estricção dos *necks* é muito menos intensa do que no ferro. Entretanto foi observado também, em pontos esparsos, o mecanismo de fratura por clivagem, sempre em partículas adjacentes a poros de grande tamanho (Fig. 4.70 (b) e (c)), o que indica o favorecimento deste mecanismo pela concentração de tensões na matriz bainítica, de relativamente baixa ductilidade.



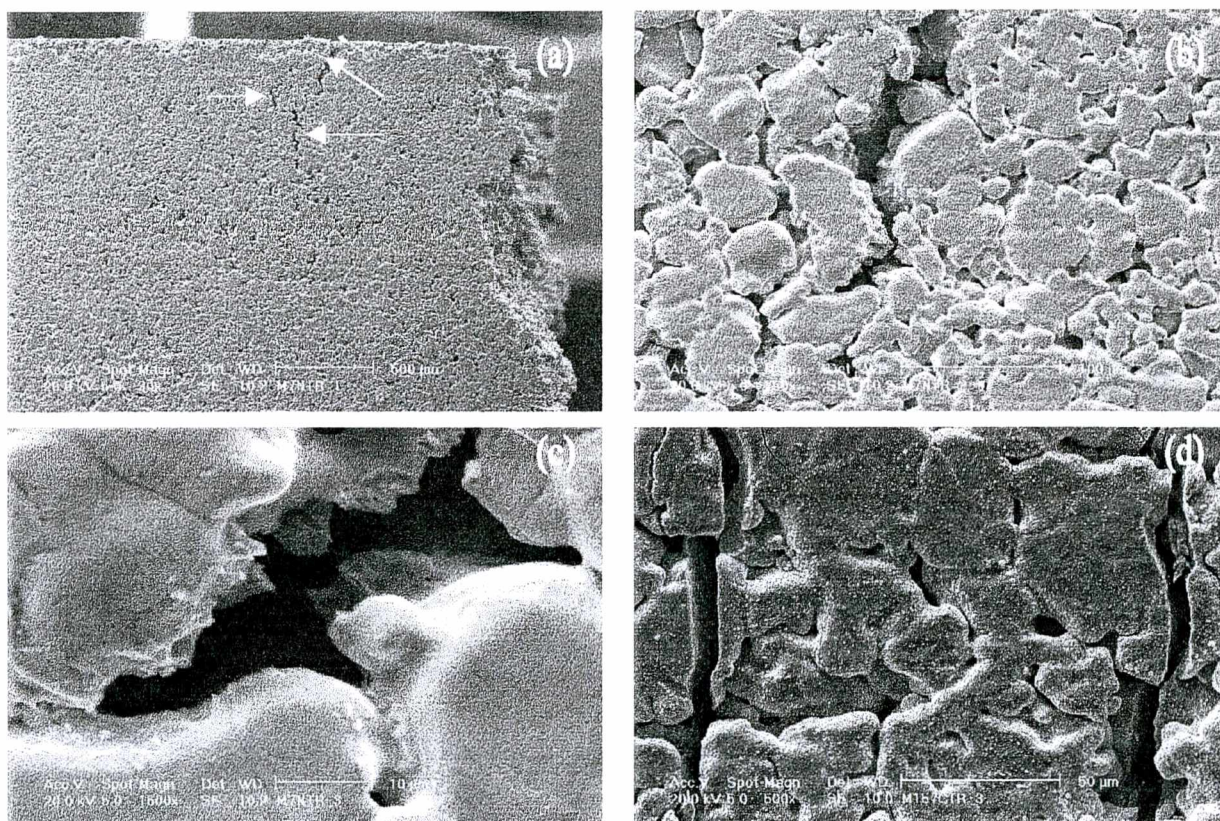
**FIG. 4.70** – Mecanismos de fratura em tração no aço ao Mo não nitretado: (a) coalescimento de microcavidades (predominante); (b) aspecto da superfície de fratura próxima à periferia (a seta indica uma partícula clivada isolada, adjacente a um poro de grande tamanho); (c) detalhe da partícula clivada da foto (b).

A superfície lateral dos espécimes de aço não nitretado tem muito poucas trincas secundárias, praticamente todas menores que 500 μm e restritas aos primeiros 3 a 5 mm a partir da trinca principal; seu modo de fratura é predominantemente intergranular, unindo poros vizinhos através dos *necks* entre as partículas (Fig. 4.71 (a), (b) e (c)). A deformação dos poros é pouco perceptível, ao contrário do que se vê no ferro puro, exceto nas proximidades da trinca principal.

Na superfície lateral dos corpos de aço nitretado vêem-se algumas trincas secundárias nos primeiros 3 a 5 mm a partir da trinca principal, em quantidade maior do que nos de aço não tratado, mas muito menor do que nos de ferro, tratados ou não. Seu tamanho também é maior do que no aço não tratado, podendo atingir alguns mm, e seu modo de fratura é prevalentemente transgranular (Fig. 4.71 (d)). Esta diferença é explicável pela fragilidade da camada nitretada, especialmente na sua zona mais superficial, formada por nitretos depositados (zona de compostos). Com relação ao ferro, a diferença pode ser explicada como consequência das



menores tensões resultantes da interação elastoplástica entre uma matriz de maior resistência e menor ductilidade com a camada compósita.



**FIG. 4.71** – Superfície lateral dos CP de tração de aço ao Mo: (a) espécime não nitretado (as setas indicam trincas secundárias); (b) vista de uma das trincas da foto (a); (c) detalhe dessa trinca; (d) trincas secundárias a cerca de 1 mm da fratura principal em CP nitretado (gás C).

A superfície de fratura dos espécimes de aço nitretado apresenta em toda a sua periferia uma faixa de clivagem, com profundidade variando de 50 a 350  $\mu\text{m}$  – portanto na zona de difusão da camada nitretada – dependendo da atmosfera nitretante (Fig. 4.72). As maiores profundidades com este mecanismo de fratura se verificam nos corpos nitretados com a mistura carbonitretante, C. Este modo de fratura é praticamente o único observado até profundidades de cerca de 50  $\mu\text{m}$  nos espécimes nitretados com as misturas A e B, e até em torno de 100  $\mu\text{m}$  nos nitretados com a mistura C. A partir daí coexiste o mecanismo de fratura por coalescimento de microcavidades (alvéolos), aumentando de frequência à medida que se caminha para o interior do material, até se tornar dominante em profundidades da ordem de 200  $\mu\text{m}$  no caso das misturas A e B, ou de 300  $\mu\text{m}$  no caso da mistura C. Aqui, tal como para o ferro puro, a diferença de efeito entre as misturas “pobre” (A) e “média” (B) é pouco significativa, ao contrário da diferença de efeito entre elas e a mistura C.

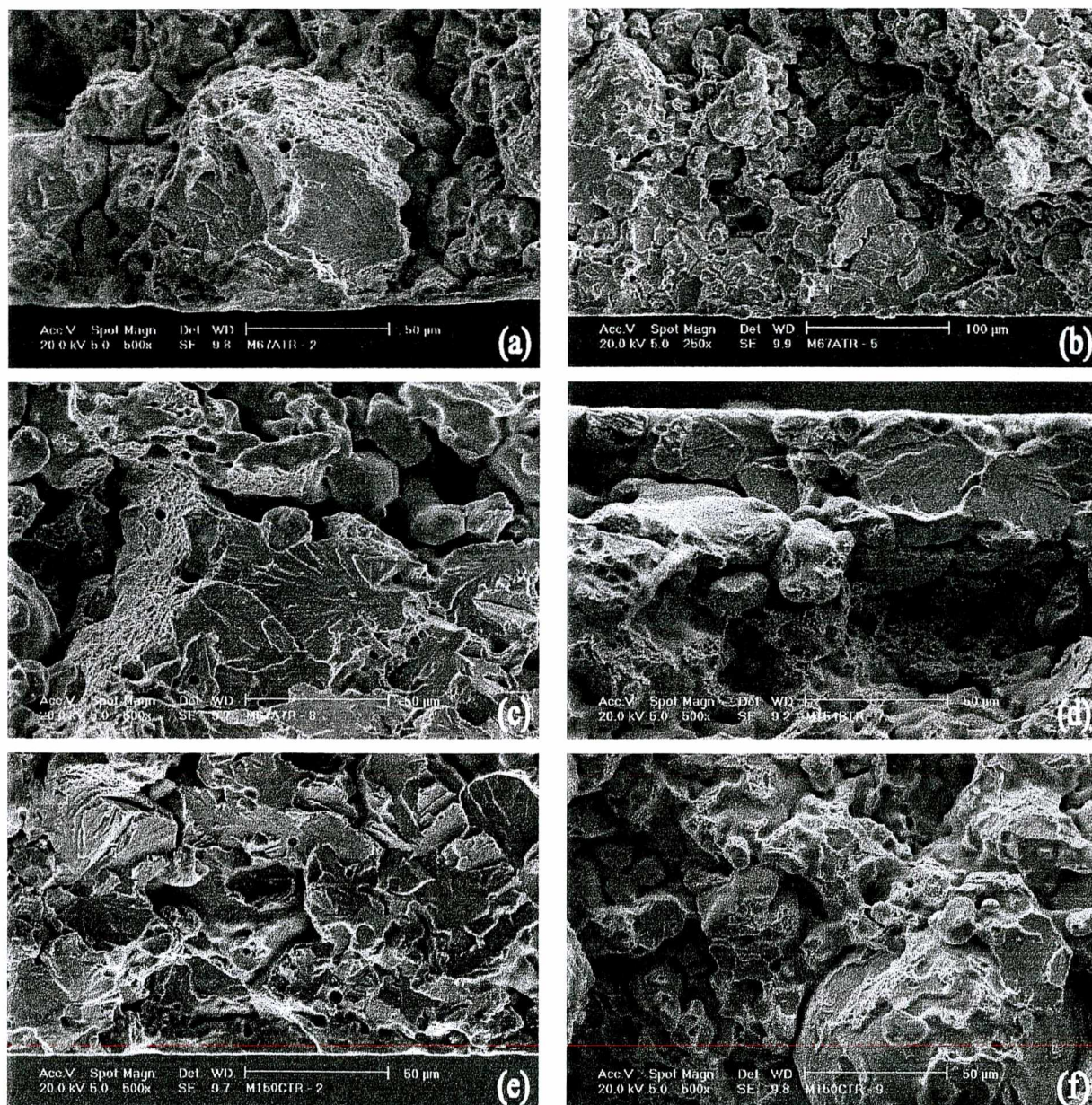
Assim, tanto no aço ao Mo como no ferro nitretados, o aumento na resistência à tração e a redução na ductilidade estão associados com a atuação de micromecanismos de fratura frágil ou semifrágil.

No ferro, em geral não se observa correlação entre a microdureza local e os micromecanismos de fratura na camada nitretada, já que a microdureza cai para valores próximos aos do



núcleo não nitretado já em profundidades superiores a 20 ou 30  $\mu\text{m}$  (Fig. 4.19), enquanto que modos de fratura frágil ou semifrágil são observados até profundidades bem maiores. Isto indica que os precipitados de nitretos presentes na zona de difusão – provavelmente em razão do seu tamanho relativamente grande – são mais efetivos em promover uma certa fragilização da matriz metálica do que um aumento de dureza local.

No aço, por contraste, pode-se constatar uma certa correlação entre a faixa de clivagem exclusiva e a faixa da zona de difusão com dureza superior a 350 HV 0,025 (Fig. 4.44).



**FIG. 4.72** – Superfícies de fratura em tração do aço ao Mo nitretado – gás A: (a) zona de difusão com mecanismos mistos de fratura (clivagem e alvéolos); (b) predominância de clivagem periférica; (c) mecanismos mistos (clivagem e alvéolos) a 200  $\mu\text{m}$  de profundidade (periferia abaixo); – gás B: (d) faixa de clivagem periférica; – gás C: (e) clivagem periférica; (f) mecanismos mistos (clivagem e alvéolos) a 350  $\mu\text{m}$  de profundidade (periferia abaixo).



#### 4.4.2 – Fractografia de Fadiga em Flexão Plana

O exame fractográfico das superfícies de trinca de fadiga nos espécimes do tipo “cotonete”, por microscopia eletrônica de varredura, mostrou de um modo geral uma topografia bastante rugosa e irregular, apresentando numerosas trincas secundárias e, em alguns casos, degraus, correspondentes à união de trincas parciais que se propagavam em planos diferentes. Uma parte considerável da superfície de fratura consiste de superfícies de poros, identificáveis por seu contorno liso, indicando – como assinalaram diversos autores (Franklin & Davies, 1978; Fleck & Smith, 1981; Weiss *et al.*, 1990) – que a trinca, ao se propagar, contorna as partículas originais de pó e corta o material através dos *necks*, seguindo o caminho de menor resistência entre os poros maiores.

Combinando-se observações macro- e microscópicas, foi possível distinguir em todas as superfícies fraturadas pelo menos duas regiões: uma adjacente às superfícies do CP – superior e inferior – mais tracionadas em cada ciclo de carregamento, e correspondente ao estágio de propagação da trinca de fadiga; e a outra, formada pela ruptura catastrófica final, em torno da faixa central do espécime, mas por vezes deslocada com relação a esta faixa.

Nem sempre foi possível determinar a localização exata da iniciação da fratura. Em alguns casos a nucleação de trincas parece ter ocorrido independentemente em diversos sítios; em outros espécimes, contudo, as trincas parecem ter partido de um dos cantos da secção (Fig. 4.73 (a)), começando em poros superficiais nos corpos não tratados, e em poros subsuperficiais nos tratados. Não aparecem nitidamente as chamadas “marcas de praia”, mascaradas pela estrutura porosa dos materiais.

A fratura por fadiga do ferro não nitretado ocorre por um mecanismo de separação predominantemente intergranular através dos ligamentos entre as partículas originais de pó, com formação de estrias (Fig. 4.73 (b) a (d)) e, em alguns locais, também de alvéolos (Fig. 4.73 (b), (c)), havendo trechos em que a trinca parece cortar o material transgranularmente através de partículas originais de pó (Fig. 4.73 (d)). A estrição dos ligamentos e a distorção dos poros são muito menos intensas do que na tração estática. Segundo informações da literatura (Rodzinak & Slesár, 1980; Fleck & Smith, *op. cit.*; Tokimatsu & Sokei, 1992), as estrias são formadas por um processo cíclico de decoesão dúctil sob valores relativamente baixos do fator de intensidade de tensão, enquanto que maiores valores deste fator favorecem a formação e o coalescimento de microcavidades a partir de descontinuidades microscópicas, inclusões, etc.

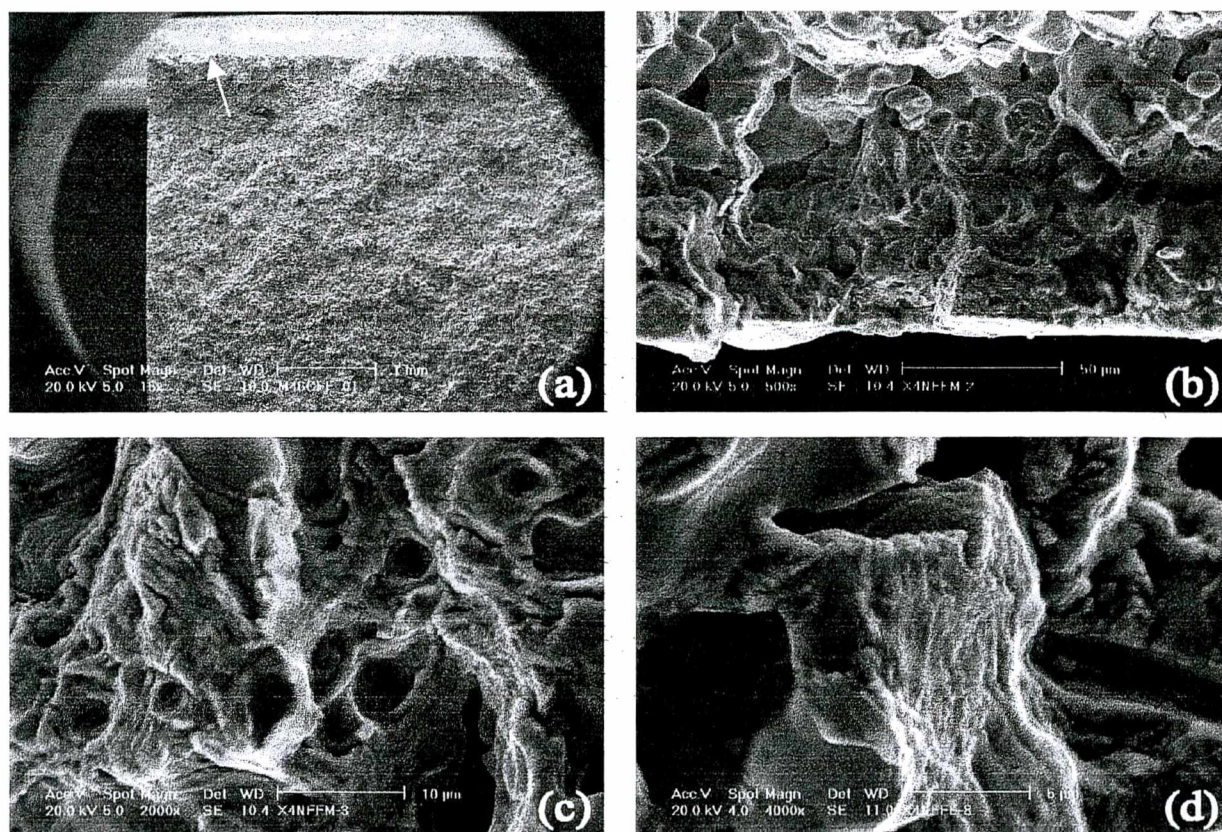
Na região da fratura final, monotônica, a separação ocorre essencialmente através dos mesmos micromecanismos observados na tração estática, ou seja, por rasgamento dúctil dos *necks* e, em menor medida, pela nucleação e coalescimento de microcavidades nos mesmos.

Tal como na tração monotônica, o exame por MEV revelou que os micromecanismos de fratura no material próximo à superfície foram consideravelmente alterados pelos tratamentos de nitretação.

No ferro nitretado ou carbonitretado a fratura ocorre por uma variedade de mecanismos. A camada de compostos fratura sempre de modo frágil, aparentemente em parte intergranular (Fig. 4.74 (a)). Abaixo dela uma faixa de espessura variável entre cerca de 20 e 100  $\mu\text{m}$  apresenta predominância de mecanismos de fratura aparentemente transgranulares e com muito pouca deformação plástica do material (Fig. 4.74 (b) e (c)), muitas vezes com formação de estrias, mas nitidamente contrastante com o estriamento dúctil predominante no ferro não nitretado. Em diversos locais isolados, nesta faixa e até em maiores profundidades, aparecem características de clivagem (Fig. 4.74 (c), (e), (f)). Em maiores profundidades na zona difusiva estes mecanismos aparecem mesclados com o estriamento dúctil, que gradativamente passa a predominar (Fig. 4.74 (d), (e), (f)). Isoladamente eles são observados até profundidades da



ordem de 600  $\mu\text{m}$  no material nitretado com as misturas A ou B, e 800  $\mu\text{m}$  no material carbonitretado.



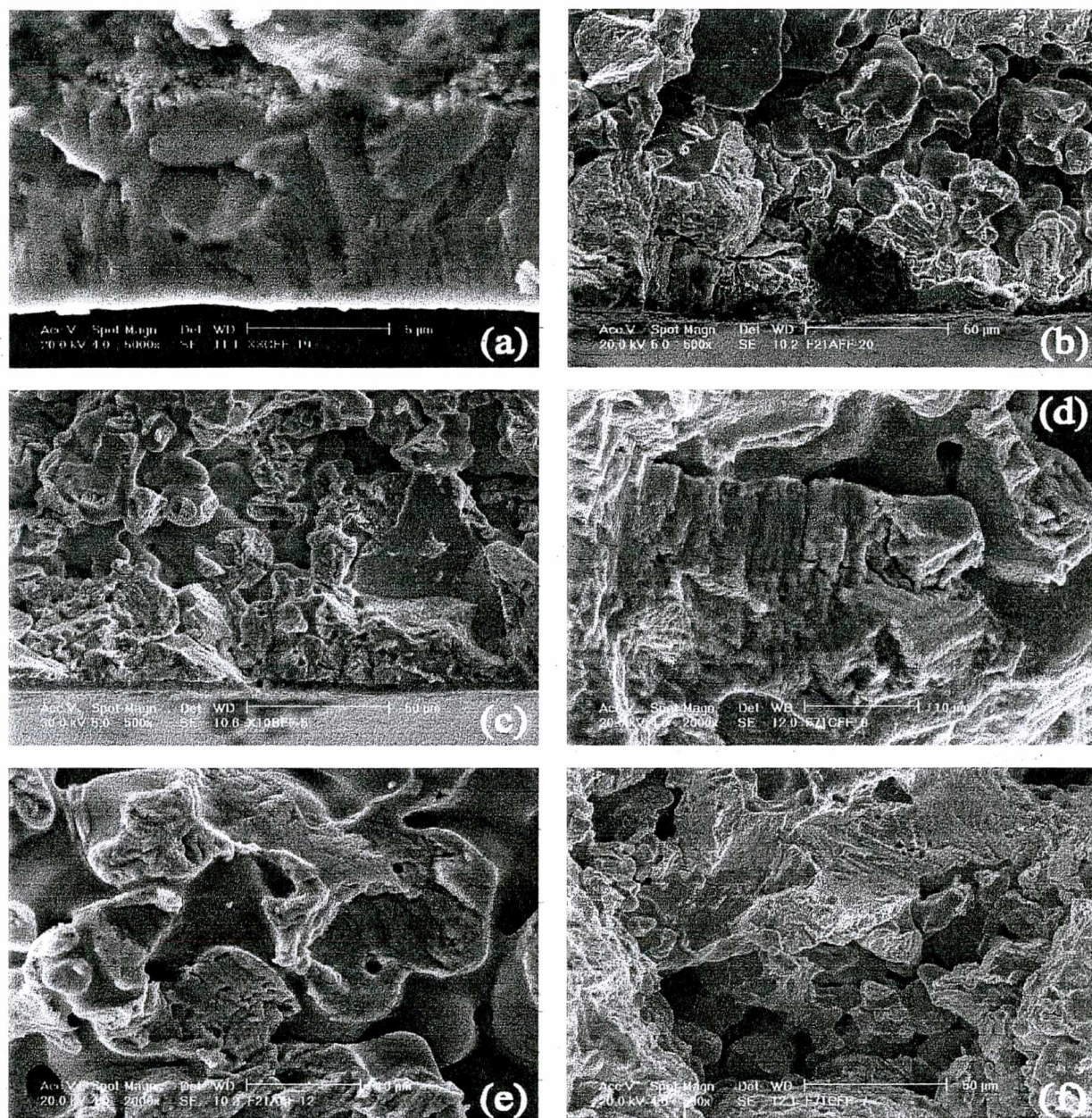
**FIG. 4.73** – Fratura por fadiga no ferro não tratado: (a) vista geral da superfície fraturada, com indicação do local de provável iniciação da macrotrínca; (b) trecho da superfície fraturada; (c) detalhe da foto anterior (região centro-esquerda): modos mistos de fratura dúctil, com estrias e alguns alvéolos nos ligamentos entre as partículas; (d) micromecanismo de fratura dúctil por estriação através de uma partícula.

Encontram-se relatos na literatura diversos casos de clivagem cíclica (cf. a revisão feita por Tokimatsu & Sokei, *op. cit.*). Drar (1995) observou este mecanismo em aços sinterizados ao níquel submetidos a fadiga policíclica, e Spies e colaboradores (1985) na zona de difusão de aços convencionais nitretados. Segundo Tokimatsu & Sokei (*op. cit.*), quando acompanhada de suficiente plasticidade a clivagem cíclica dá origem a estrias frágeis ou semifrágeis bem formadas, em aços e ligas de alumínio. À medida que aumenta a deformação plástica, pode-se observar uma transição de estrias frágeis para semifrágeis – apresentando uma combinação de características de degraus de clivagem e estrias de decoação dúctil – e finalmente para dúcteis.

Com base na análise fractográfica do comportamento em tração estática, pode-se dizer que o material nitretado apresenta uma plasticidade crescente com a profundidade na zona de difusão. É muito possível, portanto, que também sob condições de fadiga tenham operado na faixa mais superficial desta zona mecanismos de fratura por clivagem e quase-clivagem, tais como aqueles observados nessa mesma faixa da zona difusiva nos espécimes de tração estática e, inclusive, no material adjacente à camada compósita na região criada pela fratura final



monotônica dos CP de fadiga. As estrias ali observadas, distintas daquelas presentes nas regiões mais profundas, seriam então do tipo frágil ou semifrágil.

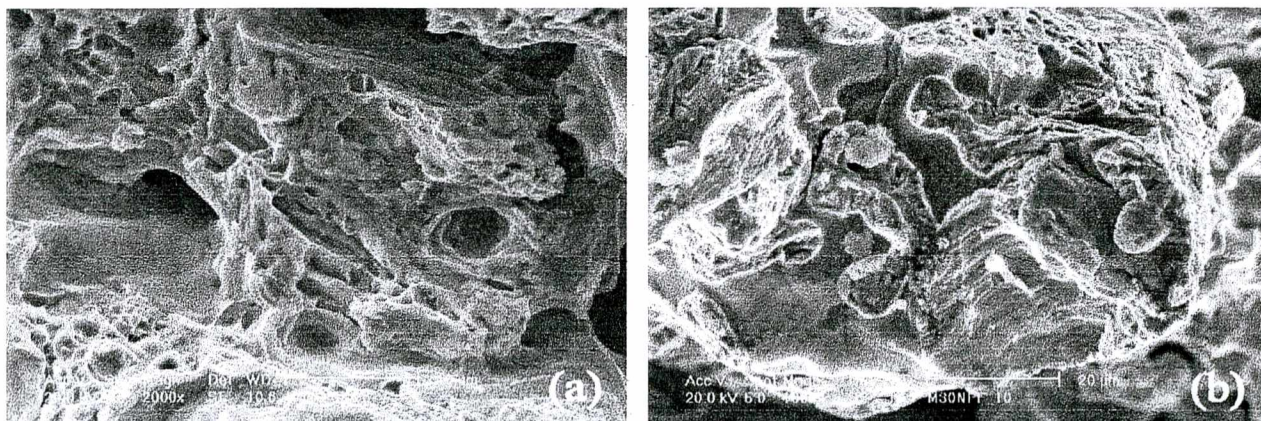


**FIG. 4.74** – Modos de fratura por fadiga no ferro nitretado: (a) frágil, na camada compósita (nitretado C). – Clivagem e/ou quase-clivagem na periferia: (b) nitretado A; (c) nitretado B. – Coexistência de diferentes micromecanismos na zona de difusão: (d) 200 µm de profundidade (nitretado C; notem-se nitretos depositados na superfície dos poros); (e) 600 µm de profundidade (nitretado A); (f) 600 µm de profundidade (nitretado C).

O aço não nitretado fratura em fadiga através de dois mecanismos principais: estriamento dúctil e, prevalentemente, coalescimento de microcavidades (alvéolos) (Fig. 4.75), ambos quase sempre através dos ligamentos entre as partículas, mas com alguns trechos onde a trinca parece



atravessar uma partícula transgranularmente, muitas vezes fazendo parte de degraus entre diferentes níveis ou planos de trincamento. Não foi constatado o mecanismo de fratura por clivagem na região de fratura por fadiga, mas somente em ligamentos isolados na parte correspondente à ruptura final, aproximadamente com a mesma frequência que na tração monotônica. O coalescimento de microcavidades é o modo predominante nesta região, e certamente se origina em torno das abundantes partículas de carbonetos da estrutura bainítica.



**FIG. 4.75** – Fratura por fadiga no aço ao Mo não nitretado: (a) detalhe da fratura por coalescimento de alvéolos; (b) trecho com alvéolos e estriamento dúctil, e que parece ser parcialmente transgranular.

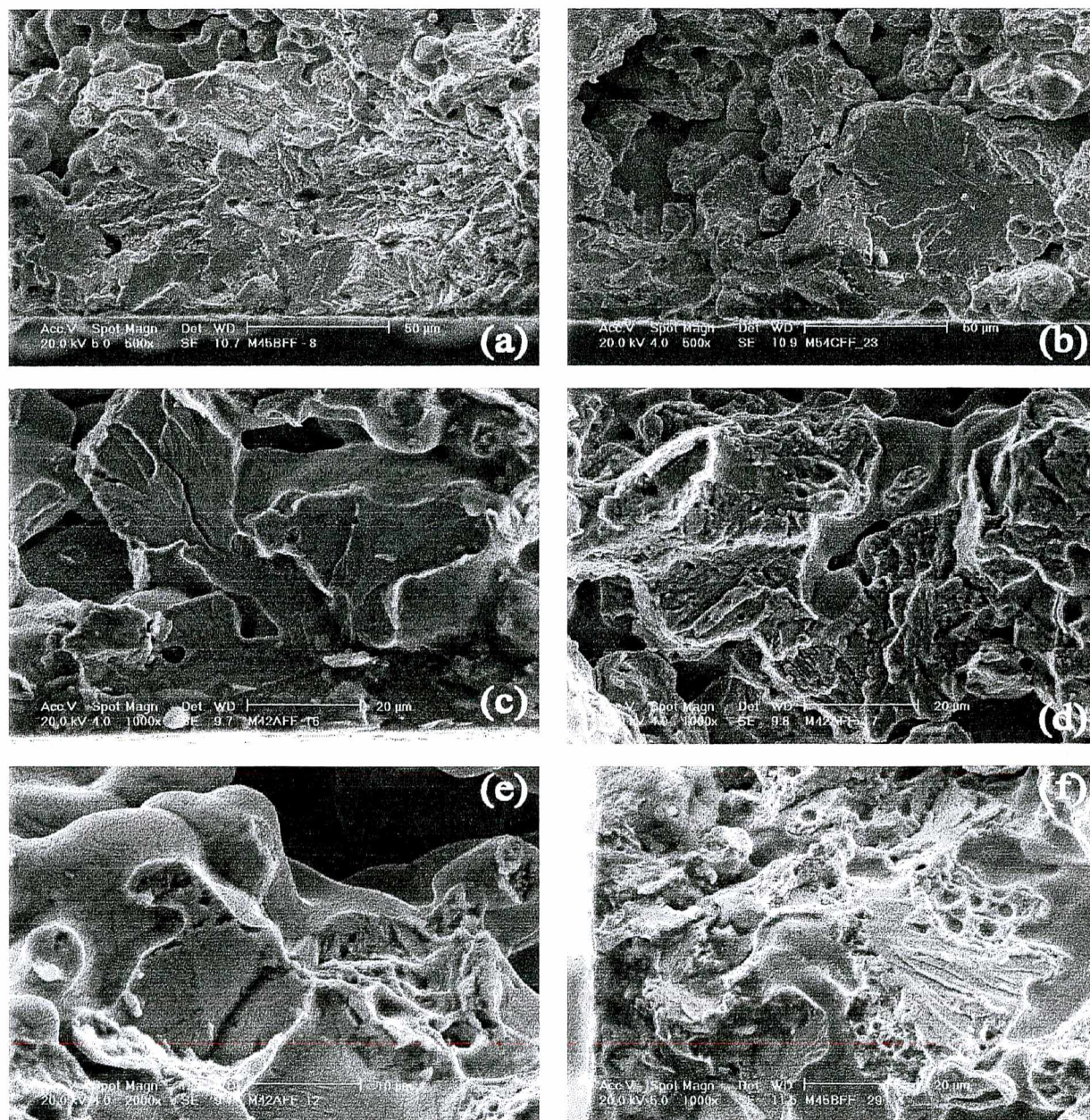
O aço nitretado ou carbonitretado exhibe uma nítida faixa de fratura frágil em toda a sua periferia, inclusive na região da ruptura monotônica; abrangendo a camada de compostos e uma significativa porção adjacente da zona de difusão. Nesta faixa os modos de fratura, distintamente transgranulares, são clivagem (caracterizado por facetas e padrões “fluviais” bastante nítidos) e quase-clivagem (associado principalmente a estrias não dúcteis); embora irregular, a largura desta faixa, bem como a ocorrência de clivagem, parecem crescer do tratamento A para o C (Fig. 4.76 (a) a (d)). A largura desta faixa é quase sempre superior a 50  $\mu\text{m}$ .

Abaixo desta região os modos de fratura frágeis ou semifrágeis foram detectados, ao lado de mecanismos dúcteis, até profundidades da ordem de 400  $\mu\text{m}$  no material nitretado com a mistura A e 600  $\mu\text{m}$  com as misturas B e C. A partir de cerca de 50 a 100  $\mu\text{m}$  de profundidade surgem mecanismos de fratura dúctil, por alvéolos (*dimples*) e por estriamento, mesclados com os mecanismos frágeis, não sendo raro que dois ou três mecanismos operem na mesma partícula ou em partículas adjacentes (Fig. 4.76 (e) e (f)). Para maiores profundidades os modos de fratura dúctil passam a predominar, sobretudo o mecanismo de alvéolos, e foram os únicos detectados além de 600  $\mu\text{m}$  de profundidade.

Constata-se portanto que, em ambos os materiais considerados, a melhora na resistência à fadiga em virtude dos tratamentos por plasma está associada sistematicamente a alterações significativas nos micromecanismos de fratura atuantes. De um modo geral, maiores aumentos na resistência à fadiga estão associados a maior ocorrência de micromecanismos de fratura frágil ou semifrágil. A maior proporção destes mecanismos na microestrutura bainítica do aço está associada ao maior aumento relativo de resistência à fadiga verificado neste material quando comparado ao ferro puro submetido aos mesmos tratamentos (Tabelas 4.17 e 4.18).



Para o ferro, também na fratura por fadiga não se verifica uma correlação entre os perfis de microdureza (Fig. 4.19) e as regiões em que atuaram modos de fratura frágil ou semifrágil. Já entre tais regiões e as áreas em que se observam precipitados na zona de difusão (Tabela 4.1), pode-se admitir uma correlação, embora apenas qualitativa e irregular. No caso do aço ao Mo, verifica-se uma correlação – igualmente qualitativa e pouco definida – entre a espessura da faixa com predominância de clivagem ou quase-clivagem, e tanto a profundidade de endurecimento (cf. Fig. 4.44) como a espessura da faixa com nitretos precipitados (Tabela 4.3).



**FIG. 4.76** – Fratura por fadiga no aço ao Mo nitretado – Zona periférica com mecanismos frágeis: clivagem (a) nitretado B; (b) carbonitretado (C); (c) nitretado A (detalhe); (d) quase-clivagem a 200 μm da borda no nitretado A. – Mecanismos frágeis e dúcteis mesclados : (e) nitretado A, 400 μm de profundidade; (f) nitretado B, próximo da periferia (à esquerda).

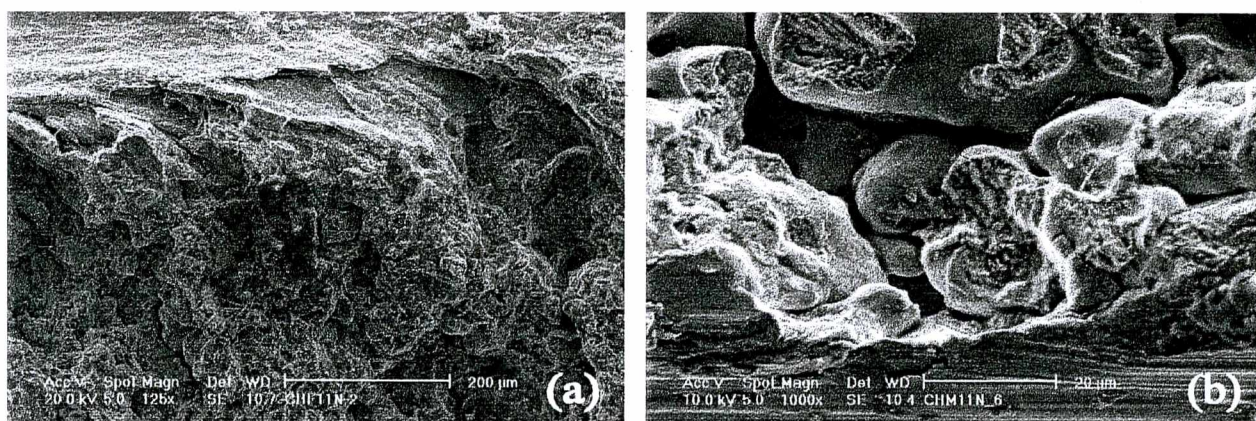


#### 4.4.3 – Fractografia de Fadiga em Flexão de Três Pontos

Embora nenhuma diferença essencial tenha sido observada nos micromecanismos de fratura por fadiga que atuaram em flexão plana ou em flexão de três pontos para um mesmo material e condição superficial, os CP (Charpy com entalhe em V) ensaiados neste segundo modo de carregamento permitem uma melhor distinção das regiões com diferentes tipos ou distribuições de mecanismos de fratura. Isto pode ser atribuído ao processo global de trincamento, que sempre se inicia na raiz do entalhe ou próximo à mesma e avança em direção à face oposta do espécime; e também ao fato, já comentado, de que o material adjacente à raiz do entalhe, até uma profundidade de algumas dezenas de microns, teve a maioria dos seus poros fechados pela operação prévia de fresagem do entalhe.

Em um nível mais macroscópico também podem se distinguir na superfície fraturada destes CP duas regiões, correspondentes à propagação da trinca de fadiga e à ruptura catastrófica final, respectivamente.

A Fig. 4.77 mostra aspectos da fratura em espécimes não nitretados.

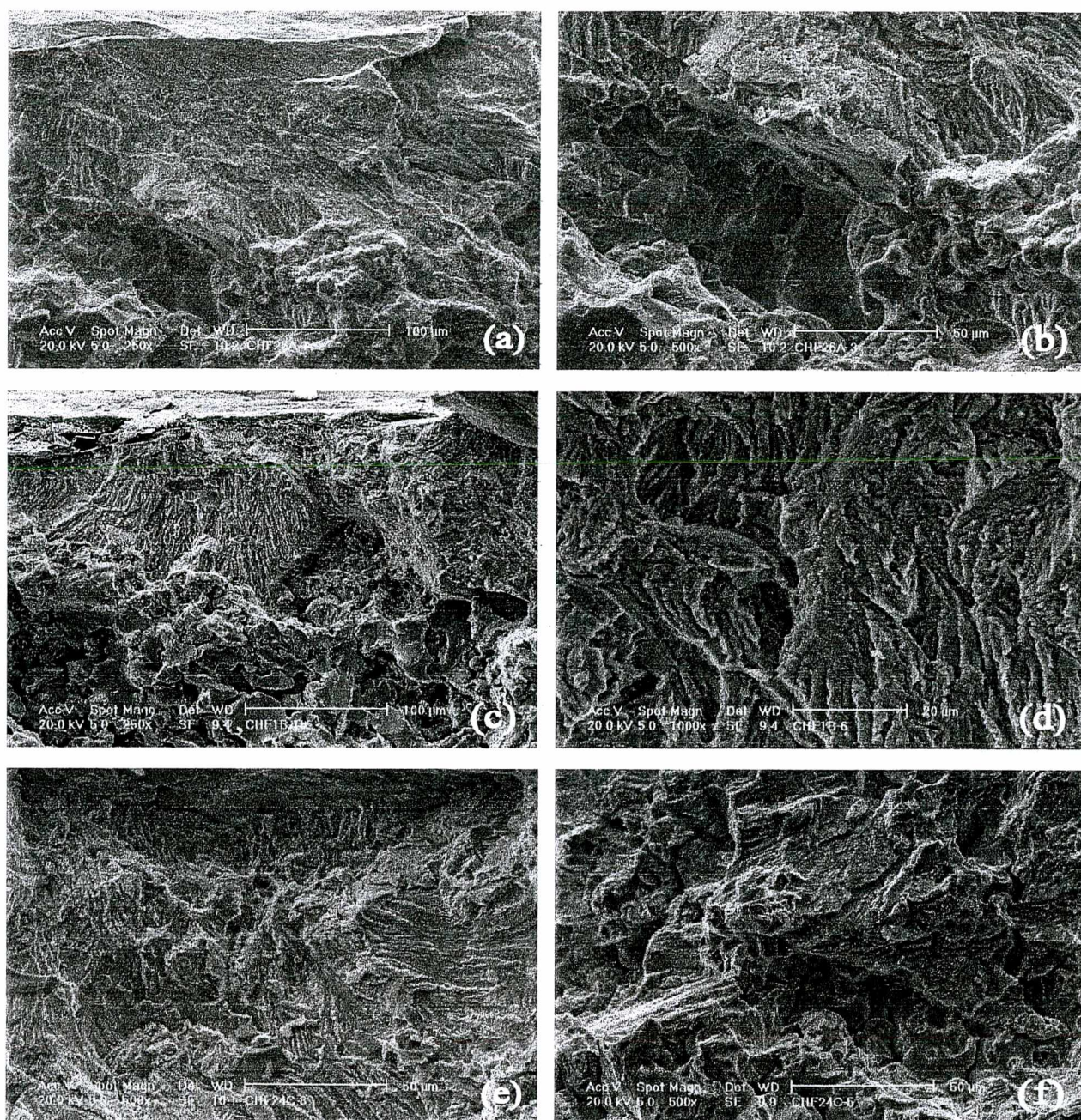


**FIG. 4.77** – Fratura por fadiga na raiz do entalhe de CP Charpy sinterizados não nitretados: (a) ferro (entalhe na parte superior); (b) detalhe no aço ao Mo, com estriamento dúctil inter- e transgranular (entalhe na parte inferior).

Nos CP Charpy de ferro nitretado a faixa de fratura por modos frágeis ou semifrágeis mostra-se bem definida junto à raiz do entalhe, e em muitos pontos passa de 100 µm de largura (Figuras 4.78, 4.79 e 4.80). Abaixo desta faixa tem-se uma outra exibindo uma mescla de micromecanismos frágeis e dúcteis, não só em partículas diferentes, mas por vezes em uma mesma partícula. Os modos dúcteis, naturalmente, passam a predominar à medida que aumenta a distância à raiz do entalhe. Mecanismos (semi)frágeis podem ser vistos isoladamente até profundidades de aproximadamente 600 µm nos CP nitretados (misturas A, B ou E) e de 800 µm nos carbonitretados (misturas C ou D).

Como era de se esperar com base nas observações microestruturais (item 4.1), o aspecto geral da superfície de fratura no material tratado com a mistura E (Fig. 4.80) se mostra similar ao observado no nitretado com o gás B, e no material carbonitretado com o gás D (Fig. 4.79) é muito semelhante ao aspecto constatado no material carbonitretado com o gás C. Esta última observação, aliás, aplica-se igualmente aos CP Charpy de aço ao Mo.

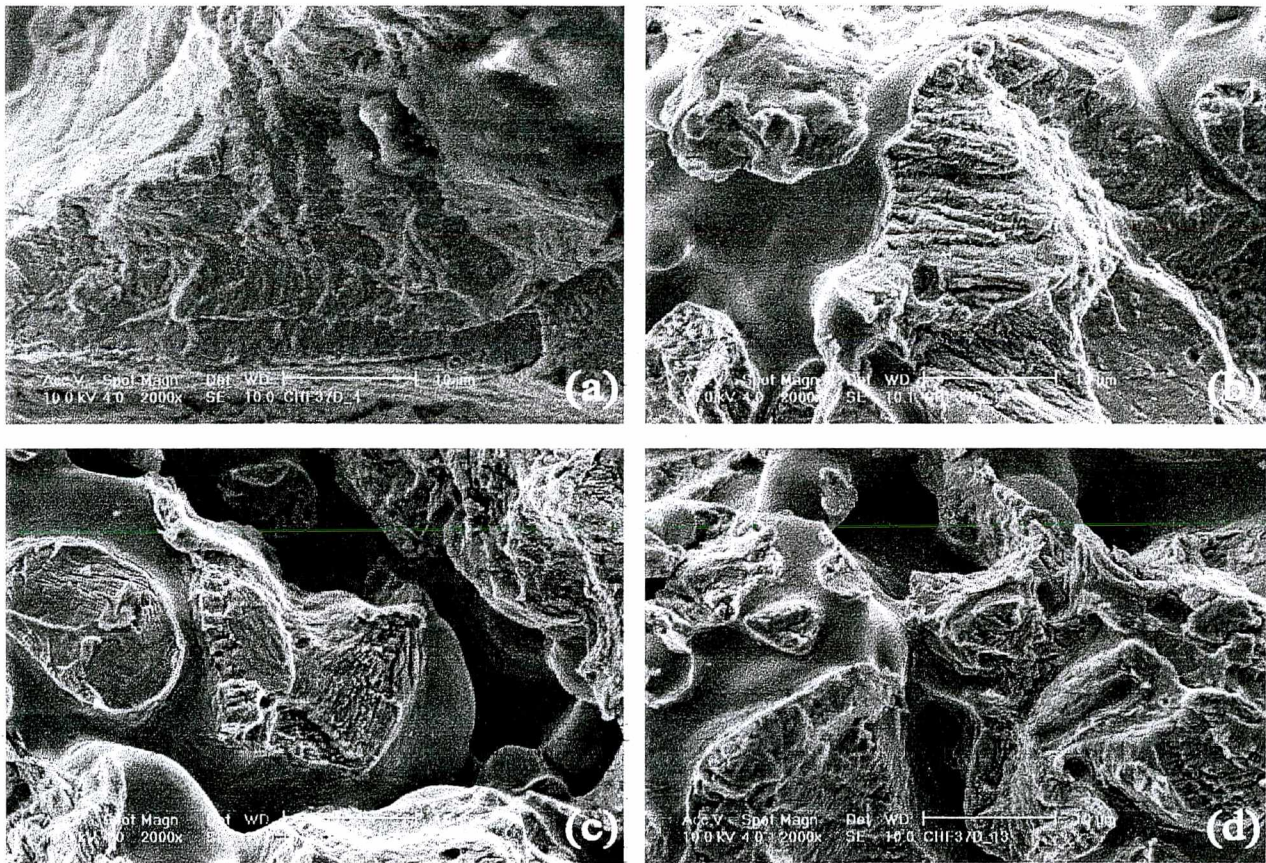




**FIG. 4.78** – Fratura por fadiga no ferro nitretado (CP Charpy) – Gás A: (a) junto à raiz do entalhe; (b) transição de modos de fratura semifrágeis para dúcteis a cerca de 200  $\mu\text{m}$  de profundidade. – Gás B: (c) junto à raiz do entalhe; (d) estrias semifrágeis em torno de 120  $\mu\text{m}$  abaixo da raiz. – Gás C: (e) junto à raiz do entalhe, que está acima da projetura em forma de aba na parte superior da foto; (f) transição de modos de fratura semifrágeis para dúcteis a cerca de 250  $\mu\text{m}$  de profundidade.

Na superfície de fratura por fadiga dos CP Charpy de aço ao Mo (Figuras 4.81 e 4.82) a única diferença notável em relação à dos CP de flexão plana é também a melhor definição da faixa de fratura frágil ou semifrágil e da transição para micromecanismos de fratura dúctil, nas regiões adjacentes à raiz do entalhe.





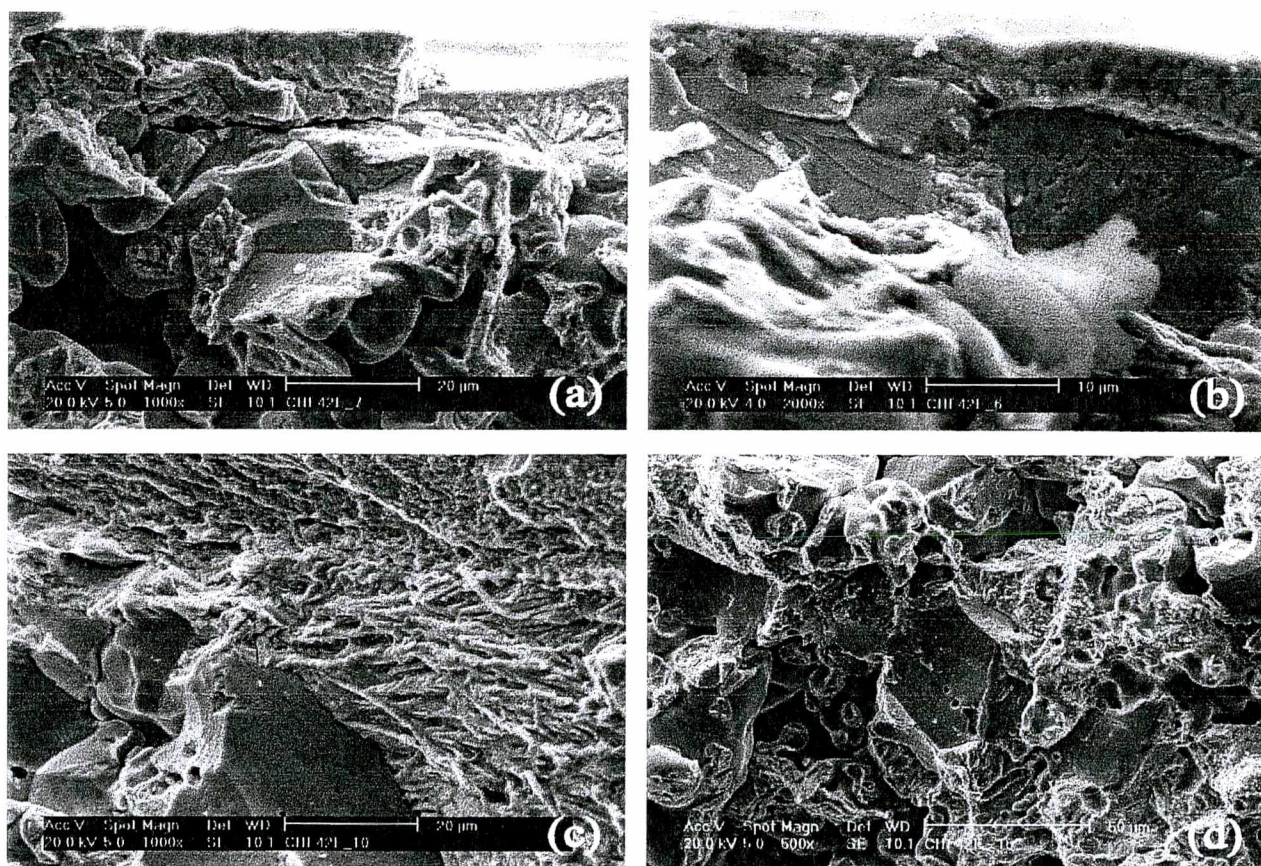
**FIG. 4.79** – Fratura por fadiga (CP Charpy) no ferro (carbo)nitretado com o gás **D**: (a) detalhe junto à raiz do entalhe (embaixo), vendo-se a camada compósita e uma partícula fraturada por mecanismo semifrágil; (b) mescla de clivagem e quase-clivagem a 200  $\mu\text{m}$  de profundidade; (c) estrias semifrágeis a 600  $\mu\text{m}$  de profundidade; (d) local com estrias semifrágeis em transição para dúcteis a 800  $\mu\text{m}$  de profundidade.

A largura da faixa com predomínio de clivagem ou quase-clivagem varia em geral de 50 a 250  $\mu\text{m}$ , não só junto à raiz do entalhe, mas também junto às faces laterais do CP (Fig. 4.82 (b)), nas regiões correspondentes à fratura por fadiga e também à ruptura monotônica final, inclusive junto à face oposta ao entalhe. Tende a ser maior nos espécimes tratados com as misturas gasosas **C** e **D**, onde pode ultrapassar 300  $\mu\text{m}$ . Nestes espécimes os micromecanismos frágeis ou semifrágeis surgem em locais esparsos, mesclados com os modos dúcteis de estrias e alvéolos – que atuam no restante da superfície de fratura por fadiga – até profundidades da ordem de 700  $\mu\text{m}$ .

Um aspecto interessante da fratura dos CP Charpy nitretados, tanto de ferro quanto de aço ao Mo, e que não se observa claramente nas fraturas por fadiga em flexão plana, é a presença de saliências agudas, com a forma de cristas ou abas, em diversos locais da intersecção da superfície de fratura com a raiz do entalhe (Figuras 4.78 (a), (c), (e); 4.81 (a)). Nada semelhante pôde ser observado nos espécimes não nitretados.

Segundo Dobson (1985) uma curvatura leve de estrias, marcas fibrosas, marcas de praia e outros sinais da passagem de uma frente de trincamento em superfícies de fratura, indica geralmente que a origem se situa no lado côncavo dessas curvas; e as junções de degraus de clivagem (padrões fluviais) normalmente apontam na direção da propagação da trinca.





**FIG. 4.80** – Fratura por fadiga no ferro nitretado com o gás E ( $75\text{N}_2/25\text{H}_2$ ): (a) junto à raiz do entalhe (na parte superior); (b) idem, detalhe com clivagem local; (c) modos de fratura mistos em torno de 50  $\mu\text{m}$  de profundidade; (d) modos de fratura mistos a 200  $\mu\text{m}$  de profundidade.

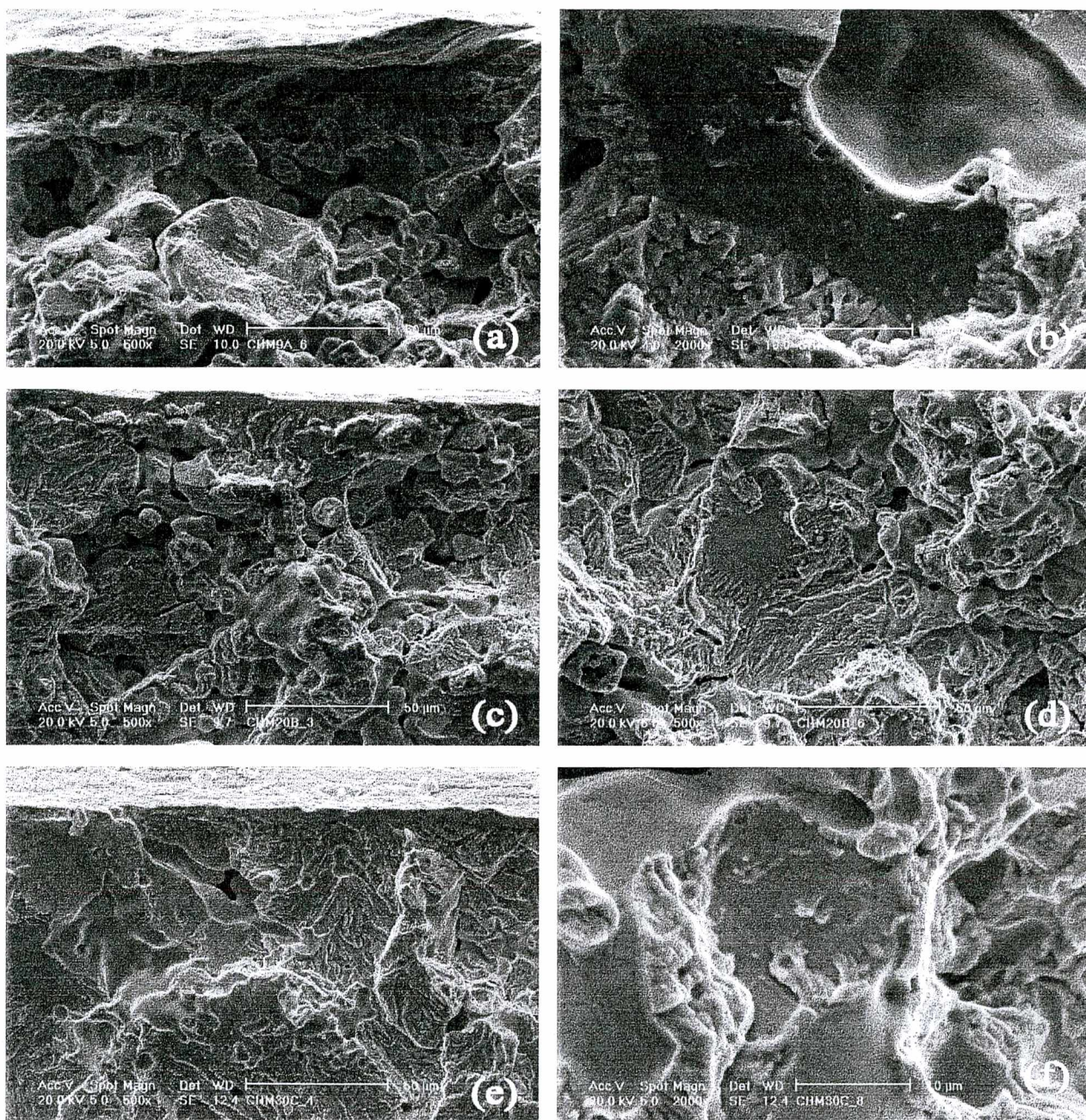
A presença de tais cristas junto à raiz do entalhe, bem como a direção do padrão fluvial (quando visível; p. ex., Fig. 4.78 (a), (c), (e); 4.80 (b); 4.81 (e)) nas partículas clivadas ou quase-clivadas próximas à raiz, a orientação das trincas secundárias e a configuração geral da superfície fraturada junto à raiz, parecem portanto indicar uma origem *subsuperficial* da trinca de fadiga na zona de difusão vizinha ao entalhe, possivelmente algumas dezenas de microns abaixo da raiz, em todas as condições nitretadas. Por contraste, nos espécimes não nitretados (Fig. 4.77) todas as indicações são de que a trinca partiu exatamente da raiz do entalhe, como era de se esperar. Isto seria uma indicação de que o efeito dos tratamentos de nitretação no material predomina sobre o efeito de concentração de tensão devido ao entalhe, o qual evidentemente é máximo na raiz do mesmo, nas condições de carregamento aqui empregadas.

A figura 4.83 mostra a superfície de fratura por fadiga de espécimes Charpy do aço convencional ASTM A 387/5 sem nitretação. Em contraste com os materiais sinterizados, neste podem-se facilmente distinguir já por simples exame visual as duas regiões da superfície formadas pelo processo de fadiga e pela ruptura monotônica final, respectivamente (Fig. 4.84). Enquanto a primeira apresenta um aspecto granular e brilhante, sem indícios macroscópicos de plastificação, a segunda exhibe sinais de intensa deformação plástica, como aspecto fibroso e estrição local.

Os micromecanismos de fratura neste material não nitretado são de tipo dúctil, predominando o estriamento na superfície de trinca de fadiga e o coalescimento de microcavidades na parte formada pela ruptura final. Nesta última região ocorre uma intensa decoesão

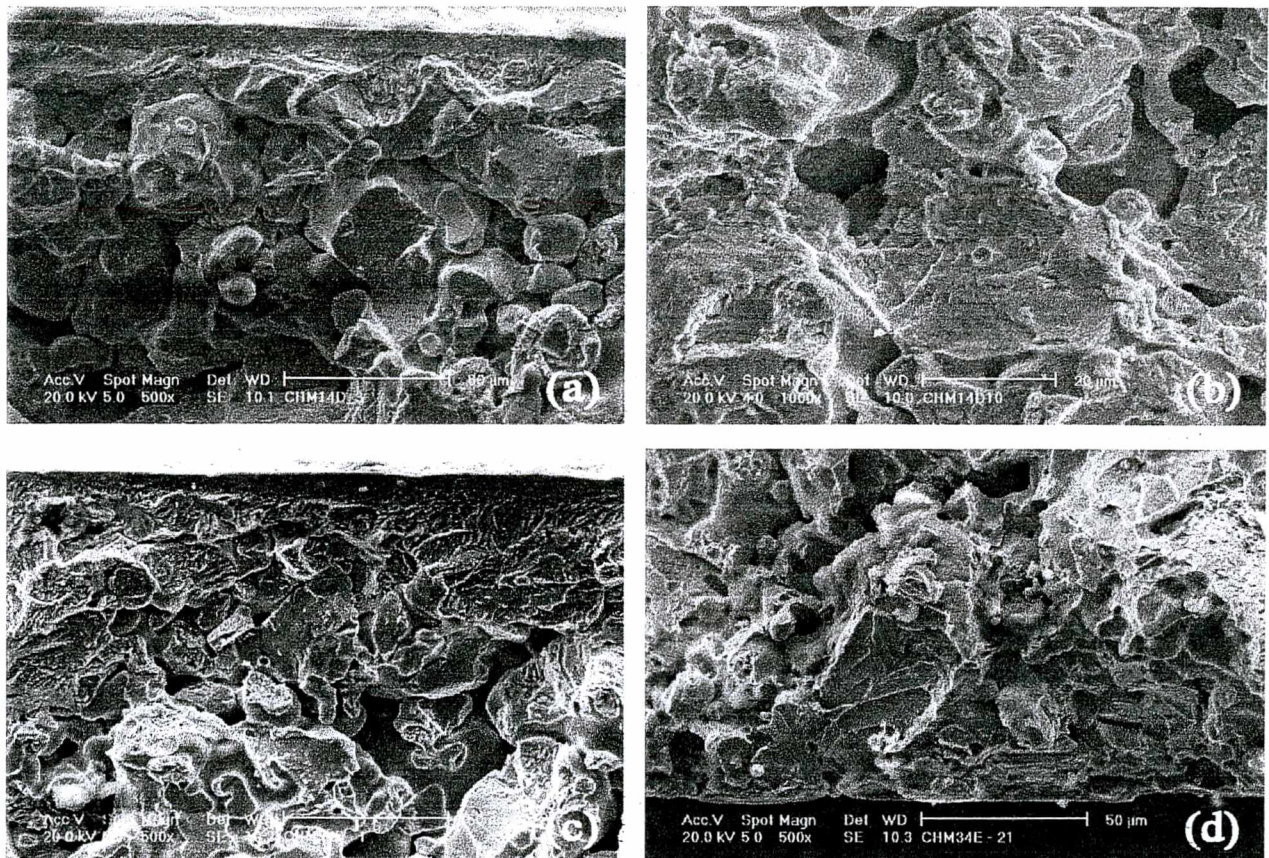


das inclusões não metálicas presentes na estrutura do material, enquanto que na região de fadiga estas parecem não interferir significativamente com o processo de trincamento (cf. Fig. 4.84).



**FIG. 4.81** – Fratura por fadiga no aço ao Mo nitretado (CP Charpy) – Gás A: (a) junto à raiz do entalhe (cf. “crista” na parte superior); (b) clivagem e quase-clivagem em uma mesma partícula, a cerca de 150  $\mu\text{m}$  de profundidade. – Gás B: (c) junto à raiz do entalhe; (d) mescla de micro-mecanismos de fratura a 400  $\mu\text{m}$  de profundidade. – Gás C: (e) junto à raiz do entalhe; (f) diferentes micromecanismos de fratura em uma mesma partícula a 600  $\mu\text{m}$  de profundidade.



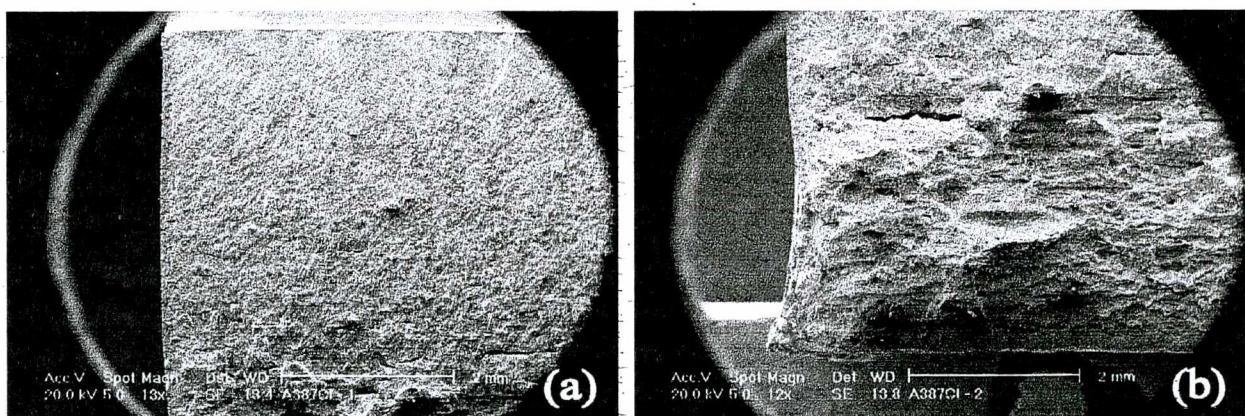
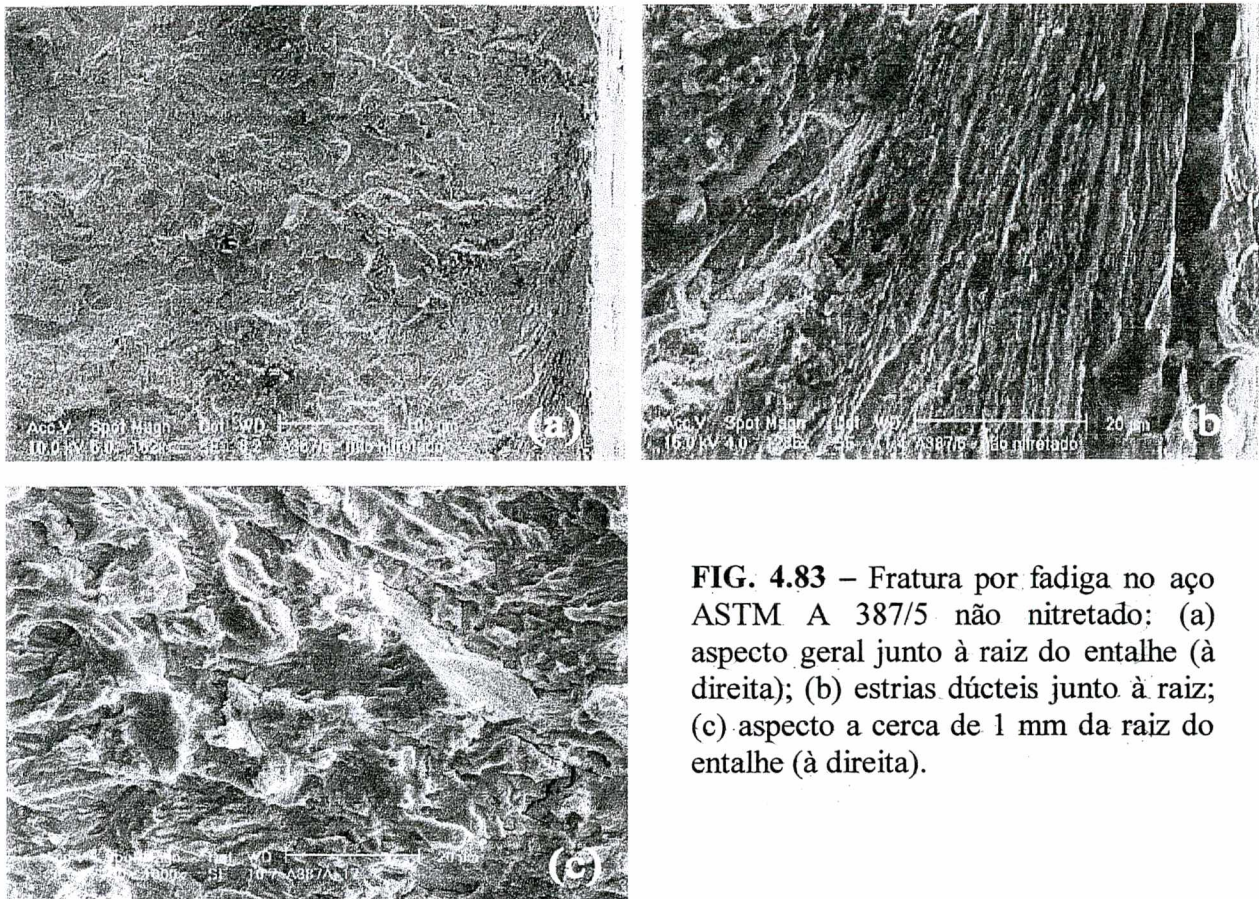


**FIG. 4.82**– Fratura por fadiga no aço ao Mo nitretado (CP Charpy) – Gás D: (a) junto à raiz do entalhe; (b) aspecto da fratura por fadiga a cerca 1 mm do entalhe (à direita) e 250  $\mu\text{m}$  da face lateral (abaixo). – Gás E: (c) junto à raiz do entalhe; (d) região de ruptura monotônica final, junto à face do CP oposta ao entalhe.

Na superfície de fratura dos espécimes nitretados é possível distinguir, já com aumentos da ordem de 12 vezes, uma faixa correspondente à camada nitretada em toda a periferia (Fig. 4.84). Com aumentos maiores é geralmente perceptível uma gradação de aspecto da superfície nos 100 primeiros microns a partir da periferia, associada à atuação de micromecanismos de fratura frágil ou semifrágil. Como se relatou no item 4.1.4, esta é a mesma faixa em que se verifica um ataque intensificado do reativo metalográfico e (exceto para o tratamento com a mistura gasosa A) um patamar elevado no perfil de microdureza.

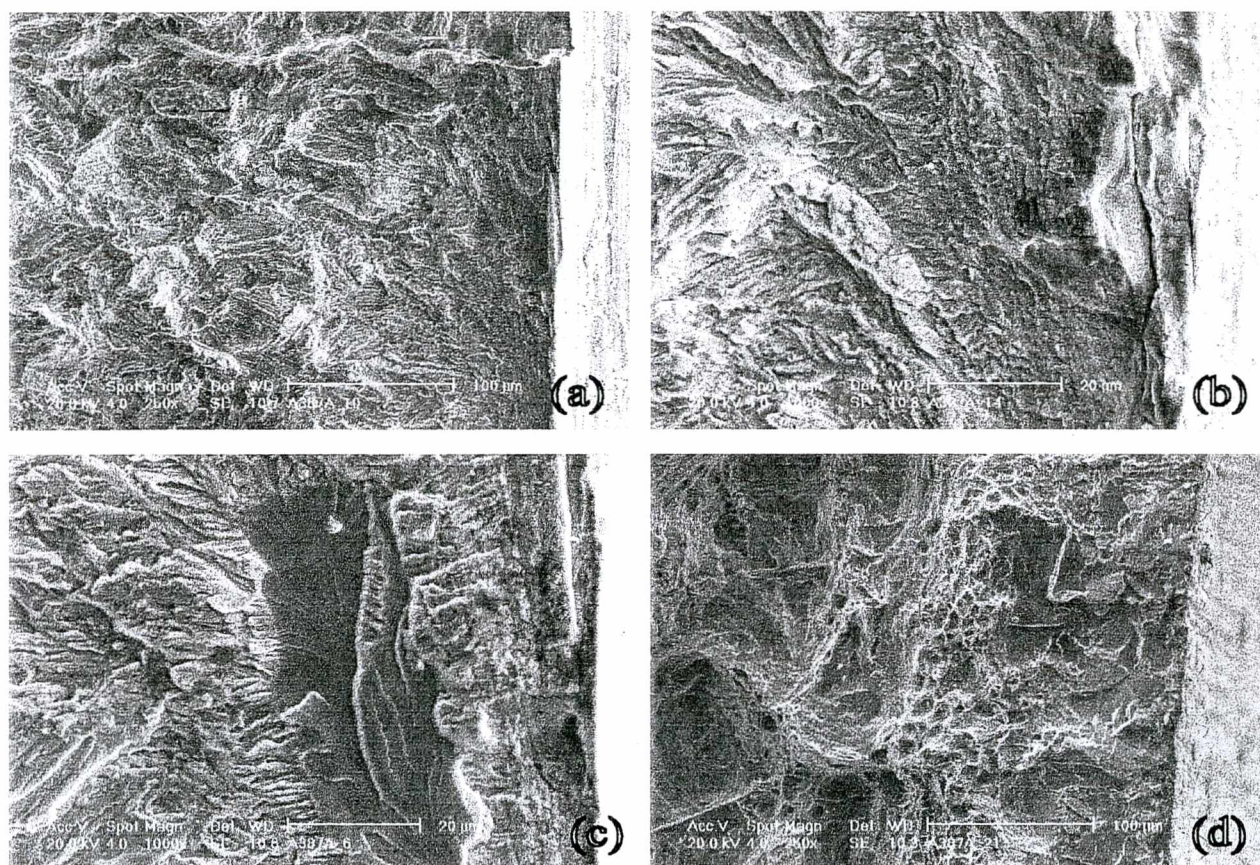
Neste material parece portanto existir uma correlação mais definida que nos sinterizados entre características microestruturais e de microdureza e a faixa onde operam modos de fratura como clivagem ou quase-clivagem. Sem dúvida, aqui isto se deve em parte à ausência de porosidade, e ao efeito do elemento de liga cromo. Por outro lado, nem sempre é clara a distinção entre estrias frágeis e dúcteis, nem a localização dos limites entre as zonas de predomínio de modos de fratura dúcteis ou frágeis.





Na Fig. 4.85 veem-se aspectos da superfície de fratura do material nitretado com a mistura gasosa A. Não foram detectadas diferenças significativas com relação ao material nitretado com as demais atmosferas (Figuras 4.86 a 4.88).



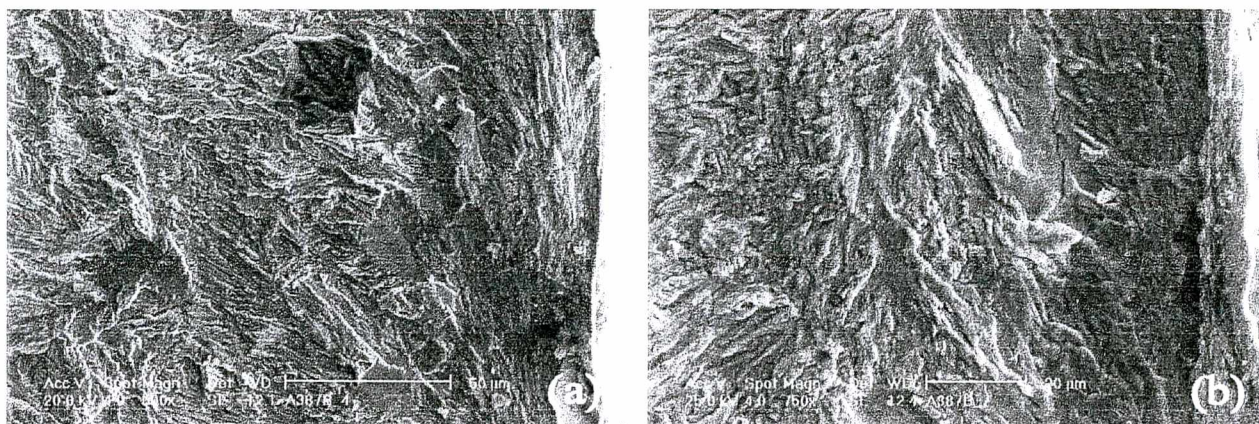


**FIG. 4.85** – Superfície de fratura do aço ASTM A 387/5, nitretado com a mistura A: (a) região de fadiga junto à raiz do entalhe (à direita); (b) detalhe, com fissuras secundárias (raiz à direita); (c) partícula clivada na zona de difusão (raiz à direita); (d) região de fratura monotônica, com predominância de clivagem nos 100 primeiros microns e de alvéolos no interior (face lateral do CP à direita).

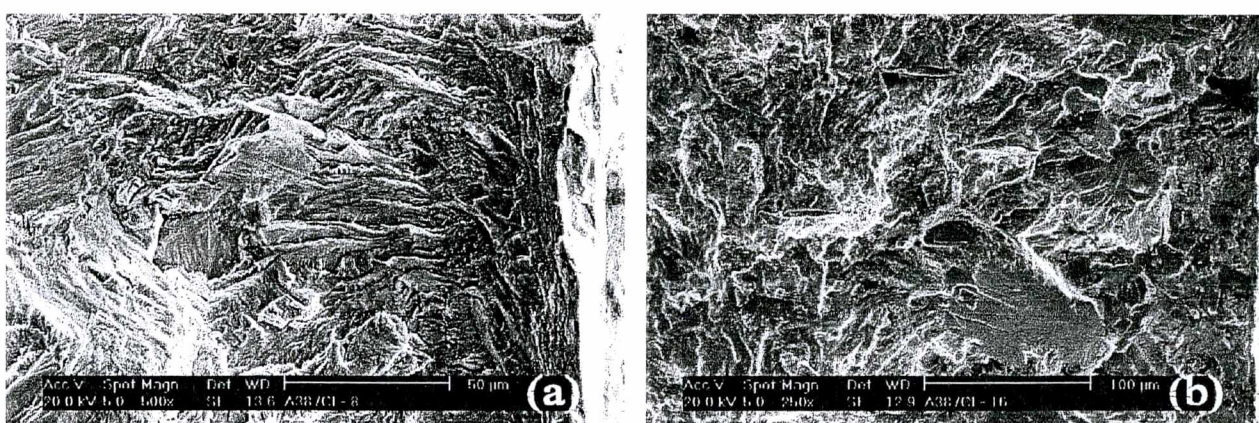
A zona de difusão na vizinhança da raiz do entalhe dos CP nitretados apresenta freqüentes fissuras secundárias (Fig. 4.85 (b), 4.86 (b), 4.88 (c)), que constituem provavelmente ramificações da trinca principal de fadiga. Parece haver uma tendência à formação de fissuras na transição entre a zona difusiva e a camada de compostos, a qual, diferentemente dos materiais sinterizados, fratura principalmente por um mecanismo de estriamento.

Este material nas condições nitretadas também apresenta indícios de uma origem subsuperficial da trinca de fadiga. As estrias presentes nas primeiras dezenas de microns da camada nitretada apresentam em diversos trechos uma ligeira curvatura com a concavidade voltada para dentro (p. ex., Figuras 4.85 (b); 4.88 (b) a (d)), enquanto que nos espécimes não nitretados essa concavidade, quando perceptível, era sempre voltada para a raiz do entalhe (cf. Fig. 4.83 (b)); como mencionado acima, em casos semelhantes a origem da trinca comumente se encontra no lado côncavo de tais marcas. As junções de degraus de clivagem ou quase-clivagem – só encontrados nos CP nitretados –, que normalmente apontam na direção da propagação da trinca, aparecem em diversos locais voltadas para a superfície externa do CP (Figuras 4.86 (a); 4.87 (a), (b); 4.88 (b), (c)). Também muitas fissuras secundárias como as assinaladas acima parecem partir do interior da zona difusiva e dirigir-se à superfície externa.





**FIG. 4.86** – Superfície de fratura do aço ASTM A 387/5, nitretado com a mistura **B**: (a) região de fadiga junto à raiz do entalhe (à direita); (b) detalhe, com fissuras secundárias (raiz à direita).

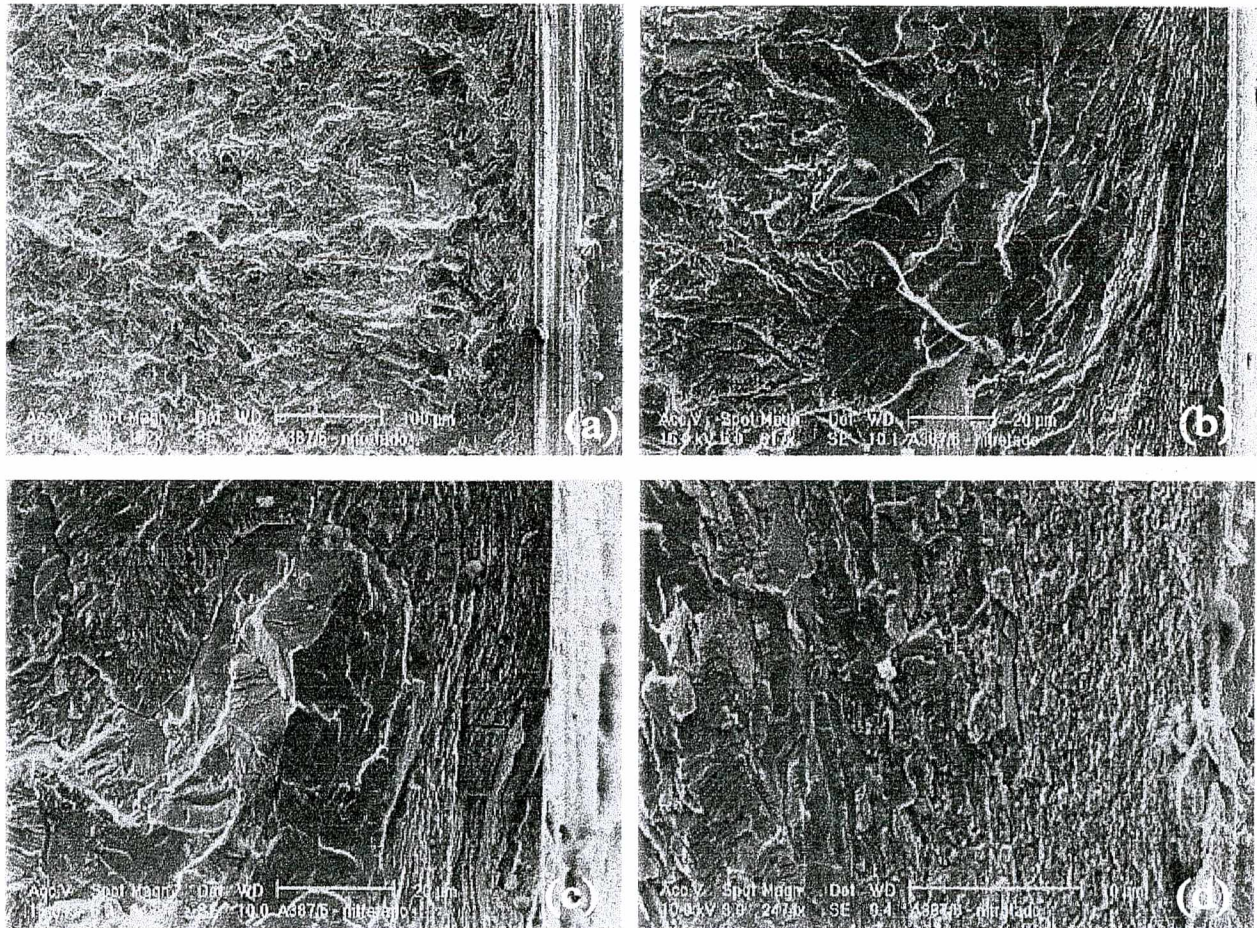


**FIG. 4.87** – Superfície de fratura do aço ASTM A 387/5, nitretado com a mistura **C** – região de fadiga: (a) junto à raiz do entalhe (à direita); (b) junto à face lateral do CP (à direita; entalhe em cima).

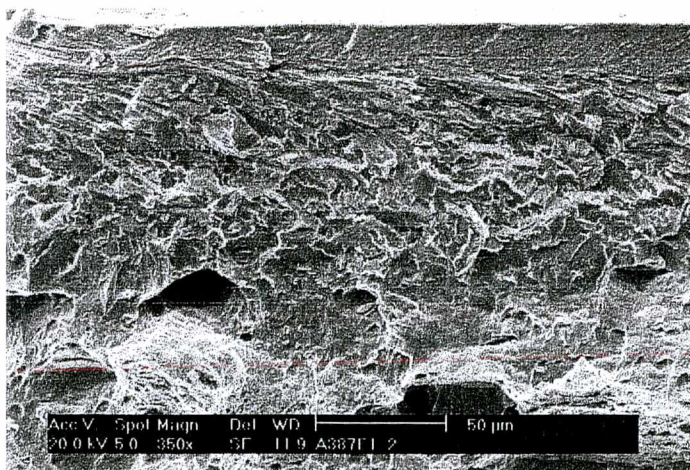
É muito possível, assim, que também neste aço convencional nitretado o efeito do tratamento tenha sido suficiente para evitar a iniciação da trinca de fadiga exatamente na raiz do entalhe – apesar da concentração de tensão ocasionada pelo mesmo – deslocando-a para dentro da camada nitretada subjacente. Em algumas amostras a presença de uma faixa entre 50 e 100 µm de profundidade exibindo uma mescla de micromecanismos frágeis e dúcteis e por vezes um desnível com relação à superfície de fratura em torno (p. ex., Figuras 4.86 (a), 4.87 (a), 4.88 (a) a (c)), parece conter o local de iniciação da trinca de fadiga.

Finalmente, a Fig. 4.89 mostra o aspecto da superfície de fratura junto ao entalhe de um CP Charpy nitretado com a mistura 90N<sub>2</sub>/10H<sub>2</sub> e fraturado monotonicamente em flexão de três pontos. Vê-se a faixa de fratura frágil, com cerca de 100 µm de largura, e abaixo da mesma a presença de alvéolos, causados provavelmente pela decoesão de inclusões não metálicas.





**FIG. 4.88** – Superfície de fratura do aço ASTM A 387/5, nitretado com a mistura  $90\text{N}_2/10\text{H}_2$  – região de fadiga junto à raiz do entalhe (à direita) : (a) vista geral; (b) local com estriamento e clivagem; (c) idem, com fissuras secundárias; (d) estrias de aspecto semifrágil.



**FIG. 4.89** - CP Charpy de aço ASTM A 387/5, nitretado com a mistura  $90\text{N}_2/10\text{H}_2$  e fraturado monotonicamente – superfície de fratura junto à raiz do entalhe (na parte superior), vendo-se região com clivagem e alvéolos, provavelmente devidos a inclusões não metálicas.



## CAPÍTULO 5

### CONCLUSÕES

Os resultados obtidos permitiram extrair as conclusões apresentadas abaixo.

#### 5.1 – ANÁLISE MICROESTRUTURAL

##### 5.1.1 – Materiais Sinterizados

- As misturas gasosas isentas de carbono produzem, sob condições idênticas de tratamento plásmico:
  - microestruturas muito semelhantes, em cada material;
  - uma camada superficial com menos de 10  $\mu\text{m}$  de espessura média e interrompida pelos poros superficiais;
  - no ferro puro e na liga Fe-1,5Mo essa camada superficial é formada exclusivamente pelo nitreto  $\gamma'$  ( $\text{Fe}_4\text{N}$ ).
- A camada de compostos e a zona difusiva produzidas pela mistura B (25%  $\text{N}_2$ ) mostram-se mais espessas do que as geradas pela mistura A (5%  $\text{N}_2$ ); a microestrutura devida à nitretação com a mistura E (75%  $\text{N}_2$ ) praticamente não se distingue da produzida pela mistura B.
- Com as mesmas condições de tratamento plásmico, as misturas gasosas com 75% vol.  $\text{N}_2$  e adição de metano – a C (1,25% vol.  $\text{CH}_4$ ) e a D (2,5 % vol.  $\text{CH}_4$ ) – produzem uma camada superficial de compostos formada pelas fases  $\epsilon$  ( $\text{Fe}_{2,3}(\text{C},\text{N})$ ) e  $\gamma'$ , com espessura geralmente superior a 10  $\mu\text{m}$ , eliminando ou ocluindo poros superficiais pequenos e revestindo a superfície de poros subsuperficiais até profundidades superiores a 100  $\mu\text{m}$ .
- Em cada material a zona difusiva tem aspecto similar nas cinco condições tratadas, sendo porém mais espessa após os tratamentos com gases contendo carbono.
- No ferro puro a zona de difusão é caracterizada pela presença de precipitados aciculares grosseiros (provavelmente do nitreto  $\gamma'$ ) e, estendendo-se até maiores profundidades, precipitados aciculares finos (provavelmente do nitreto  $\alpha''$ ,  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$ ).
- Na liga Fe-1,5Mo e sobretudo no aço 1,5Mo-0,5C a zona difusiva é, em geral, menos profunda do que a observada no ferro em condição idêntica; caracteriza-se pela presença de precipitados aciculares grosseiros (provavelmente do nitreto  $\gamma'$ ), sendo raros precipitados finos do tipo  $\alpha''$ .
- Em todos os materiais a zona difusiva e a profundidade até onde se observam poros revestidos por camada de compostos no caso da mistura D mostram-se algo maiores do que no caso da mistura C.

- No aço 1,5Mo-0,5C, em todas as condições de tratamento a camada compósita é constituída pelas fases  $\gamma'$  e  $\epsilon$ , a primeira predominando nas condições tratadas sem adição de metano, e a segunda nas condições tratadas C e D.
- Nas ligas contendo molibdênio, em nenhuma condição foram identificados compostos deste elemento na camada nitretada.
- No ferro puro, em todas as condições de tratamento a profundidade de endurecimento pouco ultrapassa a espessura da camada de compostos, de modo que os perfis de microdureza não fornecem qualquer indicação da profundidade da zona difusiva.
- Na liga Fe-1,5Mo a profundidade de endurecimento, no caso das atmosferas de tratamento sem carbono, pouco ultrapassa a espessura da camada de compostos; no caso das atmosferas contendo carbono, porém, resulta um endurecimento considerável até profundidades da ordem de 100  $\mu\text{m}$  com a mistura C e de 200  $\mu\text{m}$  com a mistura D.
- No aço 1,5Mo-0,5C verifica-se um endurecimento considerável até uma profundidade da ordem de 75 a 100  $\mu\text{m}$  no caso das atmosferas de tratamento sem carbono, 200  $\mu\text{m}$  com a mistura contendo 1,25%  $\text{CH}_4$  (C), e 300  $\mu\text{m}$  com a mistura contendo 2,5 %  $\text{CH}_4$  (D).

#### 5.1.2 – Aço Convencional ASTM A 387/5

- A microestrutura inicial se constitui de ferrita e bainita, com inclusões não metálicas alongadas na direção de laminação; após os tratamentos por plasma, a zona de difusão se caracteriza por um ataque especialmente intenso pelo reativo metalográfico, sem a presença de precipitados opticamente distinguíveis, e sem diferenças significativas de aspecto ou espessura entre as diversas condições nitretadas.
- Com exceção da condição nitretada com 5%  $\text{N}_2$  (A), que apresenta uma queda contínua da microdureza com o aumento da profundidade, os demais perfis exibem um patamar com alto nível de dureza ( $> 800 \text{ HV } 0,025$ ) nos primeiros 75 a 100  $\mu\text{m}$ , caindo em seguida para valores próximos aos do material-base a 150  $\mu\text{m}$  de profundidade. Esta faixa coincide aproximadamente com o ataque mais intenso pelo reativo metalográfico.
- A zona de difusão assim caracterizada é consideravelmente menos espessa e mais dura do que a observada nos materiais sinterizados nas condições nitretadas.
- Na condição nitretada com 5%  $\text{N}_2$  (A) não se constata a formação de camada de compostos por micrografia óptica; contudo, o exame da superfície por microscopia eletrônica de varredura revela a presença de nitretos depositados.
- As condições nitretadas com 25% $\text{N}_2$  + 75% $\text{H}_2$  (B), 75% $\text{N}_2$  + 1,25% $\text{CH}_4$  + 23,75% $\text{H}_2$  (C) e 90%  $\text{N}_2$  + 10% $\text{H}_2$  exibem camada compósita, mais espessa com as duas últimas atmosferas de tratamento, porém em média com menos de 8  $\mu\text{m}$  de espessura.
- A camada compósita é constituída pelas fases  $\gamma'$  e  $\epsilon$ , a primeira predominando nas condições tratadas sem adição de metano, e a segunda na condição C.



## 5.2 – TEXTURA SUPERFICIAL DOS MATERIAIS NITRETADOS

- As superfícies nitretadas exibem um aspecto fortemente verrucoso, devido à camada compósita, com uma granulação distribuída mais ou menos homogeneamente; nos materiais sinterizados essa formação granular penetra nos poros que se abrem na superfície, os quais podem ter assim seu tamanho diminuído.
- As atmosferas contendo carbono parecem ocasionar um recobrimento mais denso e completo da superfície, inclusive no interior dos poros nos materiais sinterizados; afora isto, as texturas que elas produzem não se distinguem essencialmente das demais.
- Os valores dos parâmetros de rugosidade medidos nos materiais sinterizados são elevados em comparação com os valores encontrados nos materiais convencionais em condições usuais de acabamento, devido provavelmente aos poros que emergem na superfície (porosidade aberta); consistentemente, os valores medidos sobre as faces formadas pela matriz de compactação são substancialmente menores do que os encontrados nas faces formadas pelo punção (estampo de compactação), que exibem muito mais poros abertos do que aquelas.
- Por meio dos parâmetros tradicionais de rugosidade não foi possível discernir satisfatoriamente o efeito dos tratamentos de nitretação por plasma sobre a textura superficial dos materiais sinterizados, por ser este efeito da mesma ordem de grandeza que as variações estatísticas naqueles parâmetros devidas à porosidade local.

## 5.3 – EFEITO DA NITRETAÇÃO POR PLASMA SOBRE AS PROPRIEDADES MECÂNICAS

### 5.3.1 – Tração Uniaxial

- Os tratamentos investigados (A, B e C) levaram a um aumento moderado nas propriedades de resistência do ferro e do aço ao Mo sinterizados.
- A mistura gasosa carbonitretante, C, produz no limite de escoamento do ferro puro um aumento ligeiramente maior do que as misturas isentas de carbono.
- Os tratamentos reduzem a ductilidade à tração, especialmente a carbonitretação (mistura C).
- Os efeitos das misturas nitretantes de baixo (A) e médio (B) teor de nitrogênio sobre as propriedades mecânicas não se deixam distinguir claramente.

### 5.3.2 – Fadiga em Flexão Plana

- Os tratamentos por plasma investigados (A, B e C), sobretudo a carbonitretação (C), levam a um aumento significativo na resistência à fadiga do ferro puro e, principalmente, do aço ao Mo sinterizados.

- Os efeitos das misturas nitretantes com 5 % e 25 % de nitrogênio sobre a resistência à fadiga são praticamente indistinguíveis.

## **5.4 – ANÁLISE FRACTOGRÁFICA**

### **5.4.1 – Fractografia de Tração**

- O ferro sinterizado não nitretado fratura por modos exclusivamente dúcteis, de rasgamento (predominante) e de coalescência de microcavidades; os ligamentos entre as partículas apresentam considerável estricção.
- O aço não nitretado fratura predominantemente pelo mecanismo de coalescência de microcavidades, com pouca estricção dos ligamentos; a vizinhança de poros de grande tamanho promove clivagem em algumas partículas esparsas.
- A nitretação por plasma (atmosferas A, B ou C) em ambos os materiais dá origem a uma faixa superficial de material fragilizado, com profundidade variável em função da composição do gás nitretante.
- Os micromecanismos de fratura passam de frágeis a dúcteis, à medida que se progride para o interior de ambos os materiais nitretados, nos primeiros 200 a 400  $\mu\text{m}$  de profundidade.
- Na zona de difusão, o ferro nitretado apresenta uma estreita faixa clivada, seguida de outra com aspecto de quase-clivagem; gradativamente passa a predominar o mecanismo de coalescência de microcavidades e, mais para o interior, o rasgamento dúctil.
- O aço nitretado mostra na zona de difusão uma faixa relativamente extensa de clivagem exclusiva, seguida de outra em que este mecanismo se mescla com o de coalescência de microcavidades, o qual passa a predominar conforme se progride para o interior do material.
- No ferro, em geral não se observa correlação entre a microdureza local e os micromecanismos de fratura na camada nitretada; no aço constata-se uma certa correlação entre a faixa de clivagem exclusiva e a faixa da zona de difusão com dureza superior a 350 HV 0,025.
- Em ambos os materiais o tratamento de carbonitretação (C) é o que mais favorece os mecanismos de fratura frágil.

### **5.4.2 – Fractografia de Fadiga em Flexão Plana**

- A fratura por fadiga do ferro não nitretado ocorre por um mecanismo de separação predominantemente intergranular através dos ligamentos entre as partículas originais de pó, com formação de estrias e, em alguns locais, também de alvéolos.



- O aço não nitretado fratura em fadiga principalmente através dos mecanismos de coalescimento de microcavidades (alvéolos) e estriamento dúctil.
- Na região da fratura final, monotônica, a separação ocorre em ambos os materiais essencialmente através dos mesmos micromecanismos observados na tração estática.
- Os aumentos na resistência à fadiga decorrentes dos tratamentos por plasma estão associados à atuação de micromecanismos de fratura frágil nas regiões adjacentes à superfície, os quais atuam com maior intensidade na condição carbonitretada (C) do que nas nitretadas (A e B), e mais no aço do que no ferro sinterizados.
- No ferro nitretado ou carbonitretado a camada de compostos fratura sempre de modo frágil e, abaixo dela, uma faixa de espessura variável entre cerca de 20 e 100  $\mu\text{m}$  apresenta predominância de mecanismos de fratura transgranulares e com características frágeis; em maiores profundidades na zona difusiva estes mecanismos aparecem mesclados com o estriamento dúctil, que gradativamente passa a predominar.
- O aço nitretado ou carbonitretado exibe uma nítida faixa de fratura frágil em toda a sua periferia, inclusive na região da ruptura monotônica, abrangendo a camada de compostos e uma significativa porção adjacente da zona de difusão. A partir de 50 a 100  $\mu\text{m}$  de profundidade surgem mecanismos de fratura dúctil, por alvéolos (*dimples*) e por estriamento, mesclados com os mecanismos frágeis, e passam a predominar em maiores profundidades.
- Há uma correlação apenas qualitativa entre a presença de nitretos precipitados na zona de difusão e a atuação de micromecanismos de fratura frágil.

#### 5.4.3 – Fractografia de Fadiga em Flexão de Três Pontos

- Os micromecanismos de fratura por fadiga em flexão de três pontos são essencialmente os mesmos que em flexão plana, mas junto ao entalhe dos CP Charpy foi possível uma distinção consideravelmente melhor das regiões com diferentes tipos ou distribuições de mecanismos de fratura.
- No ferro e no aço ao Mo sinterizados as características da superfície de fratura na condição nitretada com a mistura E ( $75\%\text{N}_2 + 25\%\text{H}_2$ ) se mostram similares às observadas na condição nitretada com o gás B ( $25\%\text{N}_2 + 75\%\text{H}_2$ ), e na condição tratada com o gás D ( $75\%\text{N}_2 + 2,5\%\text{CH}_4 + 22,5\%\text{H}_2$ ) são muito semelhantes às características observadas na condição produzida pelo gás C ( $75\%\text{N}_2 + 1,25\%\text{CH}_4 + 23,75\%\text{H}_2$ ).
- Os micromecanismos de fratura no aço convencional ASTM A 387/5 não nitretado são de tipo dúctil, predominando o estriamento na superfície de trinca de fadiga e o coalescimento de microcavidades na parte formada pela ruptura monotônica final, onde se observa uma intensa decoesão das inclusões não metálicas presentes na estrutura do material.
- Na superfície de fratura dos espécimes nitretados do aço ASTM A 387/5 observa-se uma gradação de aspecto da superfície nos 100 primeiros microns a partir da periferia, associada à

atuação de micromecanismos de fratura frágil ou quase frágil, na mesma faixa em que se verifica um ataque intensificado do reativo metalográfico e (exceto para o tratamento com a mistura gasosa A) um patamar elevado no perfil de microdureza.

- As características da superfície de fratura dos espécimes nitretados do aço ASTM A 387/5 são essencialmente similares nas quatro condições investigadas (A, B, C e 90%N<sub>2</sub> + 10%H<sub>2</sub>).
- Diversos aspectos das superfícies de fratura sugerem uma origem subsuperficial da trinca de fadiga nas condições nitretadas, e superficial (na raiz do entalhe) na condição não nitretada, para os três materiais investigados.



## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ALVES JUNIOR., Clodomiro; RODRIGUES, José de Anchieta. Caracterização da camada nitretada em ligas Fe-Cr. *Anais do 11<sup>o</sup> Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais – CBECIMAT*, Águas de São Pedro, SP, 11-14 Dez. 1994, p. 15-18.
- ANSI/ASTM A 387-79b. Standard Specification for Pressure-Vessel Plates, Alloy Steel, Chromium-Molybdenum. *1980 Annual Book of ASTM Standards*. Philadelphia, USA : American Society for Testing and Materials, Part 4, p. 368-370, 1980.
- ARNHOLD, V.; NEUBERT, H.; RAPP, H.; WÄHLING, R. Parameters affecting the dimensional change of sintered compacts. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 1994*, vol. 3, Metal Powder Industries Federation, p. 237-249, 1994.
- ASM Handbook, vol. 4 : Heat treating. USA: ASM International, 1991.
- ASTM E 8M-90a. Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials (Metric). *1991 Annual Book of ASTM Standards*. Philadelphia, USA : American Society for Testing and Materials, vol. 03.01, p. 146-160, 1991.
- ASTM E 23-91. Standard Test Methods for Notched-Bar Impact Testing of Metallic Materials. *1991 Annual Book of ASTM Standards*. Philadelphia, USA : American Society for Testing and Materials, vol. 03.01, p. 197-202, 1991.
- ASTM E 112-88. Standard Test Methods for Determining Average Grain Size. *1991 Annual Book of ASTM Standards*. Philadelphia, USA : American Society for Testing and Materials, vol. 03.01, p. 280-305, 1991.
- ASTM E 399-90. Standard Test Method for Plane-Strain Fracture Toughness of Metallic Materials. *1991 Annual Book of ASTM Standards*. Philadelphia, USA : American Society for Testing and Materials, vol. 03.01, p. 485-515, 1991.
- ASTM E 739-91. Standard Practice for Statistical Analysis of Linear or Linearized Stress-Life ( $S-N$ ) and Strain-Life ( $\epsilon-N$ ) Fatigue Data. *1991 Annual Book of ASTM Standards*. Philadelphia, USA : American Society for Testing and Materials, vol. 03.01, p. 682-688, 1991.
- ASTM Special Technical Publication (STP) 588. *Manual on statistical planning and analysis for fatigue experiments*. American Society for Testing and Materials, 1975.
- BARRALLIER, Laurent; SOTO, R.; SPRAUEL, J.-M.; CHARAI, A. X-ray and transmission-electron-microscopy investigation of strain in a nitrided steel: no evidence of plastic deformation. *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 28A, p. 851-857, March 1997.
- BAS, Juan A.; MOLINS, César. Nitriding applied to P/M parts. *Proc. Conf. PM '86 – International Powder-Metallurgy Conference and Exhibition*, Düsseldorf, Germany, 7-11 July 1986. Freiburg : Verlag Schmid GmbH, Part 1, 1986, p. 365-368.

- BEISS, Paul. Fatigue strength of sintered steels. *Metal Powder Report*, April 1987, p. 243-249.
- \_\_\_\_\_; DALGIÇ, M. Effect of pore structure on bending-fatigue strength of sintered steel. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 1996*, vol. 13, Metal Powder Industries Federation, p. 249-257, 1996.
- BELL, Tom (1991a). Surface treatment and coating of PM components. *Powder Metallurgy*, vol. 34, n. 4, p. 253-258, 1991.
- \_\_\_\_\_. (1991b). Gaseous and plasma nitrocarburizing. In: *ASM Handbook*, vol. 4 (Heat Treating). USA : ASM International, 1991, p. 425-436.
- BERNARDINI, Pedro A. N. *Projeto, desenvolvimento e avaliação de liga ferrosa sinterizada visando redução de custos de fabricação*. Florianópolis, 1992. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Catarina.
- BOCCHINI, Gian Filippo. The influence of porosity on the characteristics of sintered materials. *The International Journal of Powder Metallurgy*, vol. 22, n. 3, p. 185-202, 1986.
- \_\_\_\_\_. Heat treatment of sintered steels – a state of the art. *Tool & Alloy Steels*, vol. 27, n. 5, p. 115-131, May 1993.
- \_\_\_\_\_; MOLINARI, A.; TESI, B.; BACCI, T., Ion nitriding of sintered steels – present situation and perspectives. *Metal Powder Report*, vol. 45, n. 11, p. 772-778, 1990.
- BORGES, Paulo César; SNOEIJER, Berend; CABRAL, Fernando; MUZART, Joel L. R.; KLEIN, Aloísio N. Efeito da nitretação por plasma no limite de resistência à fadiga de duas ligas sinterizadas. *Anais do IV Seminário de Metalurgia do Pó*, São Paulo, SP, 22-23 Nov. 1995, p. 189-200.
- BRUNATTO, Sílvio F. *Nitretação por plasma de ferro sinterizado*. Florianópolis, 1993. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Catarina.
- BUXBAUM, D.; SONSINO, C. M. Betriebsfeste Bemessung von Bauteilen aus Sinterstahl und ihre Sicherheit – Teil 1. *Powder Metallurgy International*, vol. 22, n. 1, p. 49-52, 1990.
- CAMBRONERO, L. E. G.; TORRALBA, J. M.; RUIZ-PRIETO, J. M. Microstructure and properties of P/M Cu-P steels. *Powder Metallurgy International*, vol. 22, n. 2, p. 26-28, 1990.
- CAUSTON, Robert J. The development of high-performance P/M steels. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 1996*, vol. 13, Metal Powder Industries Federation, p. 391-411, 1996.
- CHAPMAN, B. N. *Glow Discharge Processes*. New York : John Wiley & Sons, 1980.



- CHEN, E. Y.; LAWSON, L.; MESHII, M. The effect of fatigue microcracks on rapid catastrophic failure in Al-SiC composites. *Materials Science and Engineering*, vol. A201, p. 192-206, 1995.
- CHEN, Y. T.; CECI, L.; KIEFER, R. Fracture toughness of a sinter-hardening alloy steel. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 1994*, vol. 2, Metal Powder Industries Federation, p. 83-97, 1994.
- CHERNENKOFF, R. A.; MOCARSKI, S.; YEAGER, D. A. Increased fatigue strength of powder-forged connecting rods by optimised shot peening. *Powder Metallurgy*, vol. 38, n. 3, p. 196-200, 1995.
- CHIAVERINI, Vicente. *Aços e Ferros Fundidos*. 6. ed. São Paulo : Associação Brasileira de Metais, 1988.
- CHO, K. S.; LEE, C. O. The effects of carbon in ion nitriding. *Journal of Engineering Materials and Technology*, vol. 102, p. 229-233, April 1980.
- CHRISTIAN, Kevin D. J.; GERMAN, Randall. M. Relation between pore structure and fatigue behavior in sintered iron-copper-carbon. *The International Journal of Powder Metallurgy*, vol. 31, n. 1, p. 51-61, 1995.
- \_\_\_\_\_; STOLOFF, N. S.; SACHER, R. S. Statistical determination of sintering-process-parameters effects on ferrous-powder high-cycle-fatigue properties. *Metal Powder Report*, p. 261-270, April 1987.
- CIMINO, Tina M.; RUTZ, Howard G.; MURPHY, Thomas F.; GRAHAM, Amie H. The effect of microstructure on fatigue properties of ferrous P/M materials. In: *PM<sup>2</sup>TEC '97 – International Conference on Powder Metallurgy and Particulate Materials*, June 29 – July 2, 1997, Chicago, USA (separata).
- COLIJN, Pieter François; MITTEMEIJER, Eric Jan; ROZENDAAL, Hermanus Carel Frans. Light-microscopical analysis of nitrided or nitrocarburized iron and steels. *Zeitschrift für Metallkunde*, vol. 74, n. 9, p. 620-627, 1983.
- COSTA, Helio de Brito; KÜHN-ARROYO, Ingeborg; SOUZA, Antônio Rogério de; MUZART, Joel Louis René. Efeito da nitretação e da carbonitretação por plasma sobre a textura superficial do ferro sinterizado. *Anais do 12º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais – CBECIMAT*, Águas de Lindóia, SP, 8-11 Dez. 1996, p. 897-900.
- DANNINGER, Herbert. Sintering of Mo-alloyed P/M structural steels. *Powder Metallurgy International*, vol. 20, n. 4, p. 7-11, 1988.
- \_\_\_\_\_. Sintering of Mo-alloyed P/M steels prepared from elemental powders, I – Sintering temperature and mechanical properties. *Powder Metallurgy International*, vol. 24, n. 2, p. 73-79, 1992.

- \_\_\_\_; JANGG, G.; WEISS, B.; STICKLER, R. The influence of porosity on static and dynamic properties of P/M iron. *Proc. International Conference on Powder Metallurgy (PM '90)*, London : The Institute of Metals, 1990, p. 433-439.
- \_\_\_\_; \_\_\_\_; \_\_\_\_; \_\_\_\_ . Microstructure and mechanical properties of sintered iron - Part I: Basic considerations and review of literature. *Powder Metallurgy International*, vol. 25, n. 3, p. 111-117, 1993.
- \_\_\_\_; \_\_\_\_; \_\_\_\_; \_\_\_\_ . Microstructure and mechanical properties of sintered iron - Part II: Experimental study. *Powder Metallurgy International*, vol. 25, n. 4, p. 170-173, 1993; n. 5, p. 219-223, 1993.
- \_\_\_\_; SPOLJARIC, Davor; ARAKIL, Arsineh; WEISS, Brigitte. Mo-alloyed PM structural steels prepared by different alloying techniques. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 1996*, vol. 13, Metal Powder Industries Federation, p. 177-188, 1996.
- \_\_\_\_; \_\_\_\_; WEISS, Brigitte. Microstructural features limiting the performance of P/M steels. *The International Journal of Powder Metallurgy*, vol. 33., n. 4, p. 43-53, 1997.
- DAWES, C. Nitrocarburising and its influence on design in the automotive sector. *Heat Treatment of Metals*, 1990.1, p. 19-30.
- DELHEZ, R.; DE KEIJSER, T. H.; MITTEMEIJER, E. J. Role of X-ray diffraction analysis in surface engineering: investigation of microstructure of nitrided iron and steels. *Surface Engineering*, vol. 3, n. 4, p. 331-342, 1987.
- DIETER, G. E. *Metallurgia Mecânica*. 2. ed. Rio de Janeiro : Guanabara Dois, 1981.
- DIN – DEUTSCHES INSTITUT FÜR NORMUNG. *Oberflächenrauheit: Begriffe, Oberfläche und ihre Kenngrößen (Surface roughness: terminology, surface and its parameters)*, DIN 4762. Berlin, Jan. 1984.
- \_\_\_\_. *Ermittlung der Rauheitsmessgrößen  $R_a$ ,  $R_z$ ,  $R_{max}$  mit elektrischen Tastschnittgeräten; Begriffe, Messbedingungen (Determination of values of surface-roughness parameters  $R_a$ ,  $R_z$ ,  $R_{max}$  using electric-contact (stylus) instruments; concepts and measuring conditions)*, DIN 4768, Berlin, Mai 1990.
- DOBSON, Wilson G. (ed.). Fractography. In: *Metals Handbook*. Desk Edition. Metals Park, Ohio, USA : American Society for Metals, 1985, p. 36.1-36.16.
- DRAR, H. Fractographic aspects of fatigue of sintered Ni-steels. *Materials Characterization*, vol. 34, p.129-141, Elsevier Science, 1995.
- DU, Hong; HILLERT, Mats. An assessment of the Fe-C-N system. *Zeitschrift für Metallkunde*, vol. 82, n. 4, p. 310-316, 1991.
- EDENHOFER, Bernd. Physical and metallurgical aspects of ionitriding – Part 1. *Heat Treatment of Metals*, vol. 1, p. 23-28, 1974.



- \_\_\_\_\_. Physical and metallurgical aspects of ionitriding – Part 2. *Heat Treatment of Metals*, vol. 2, p. 59-67, 1974.
- EHLERT, Sérgio C.; KÜHN-ARROYO, Ingeborg; KLEIN, Aloísio N. Produção de peças de média e alta liga por conformação a frio de pré-formas obtidas por metalurgia do pó. *Metallurgia*, ABM, vol. 46, n. 392, p. 522-529, Out./Nov. 1990.
- ENGDAHL, Per; LINDQVIST, Bjorn; TENGZELIUS, Jan. Fatigue behaviour of PM steels – material aspects. *Proc. International Conference on Powder Metallurgy (PM '90)*. London : The Institute of Metals, 1990, p. 144-154.
- ENGSTRÖM, Ulf; LINDBERG, Caroline; TENGZELIUS, Jan. Powders and processes for high-performance PM steels. *Powder Metallurgy*, vol. 35, n. 1, p. 67-72, 1992.
- ESPER, F. J.; LEUZE, G.; SONSINO, C. M. Characteristic properties of powder-metallurgical materials relevant to fatigue design. *Powder Metallurgy International*, vol. 13, n. 4, p. 203-208, 1981.
- \_\_\_\_\_; SONSINO, C. M. Evaluation of different heat-treatment methods for fatigue design of notched and differently loaded PM parts. *Proc. International Conference on Powder Metallurgy (PM '90)*. London : The Institute of Metals, 1990, p. 446-456.
- \_\_\_\_\_; \_\_\_\_\_. *Fatigue Design for PM Components*. Shrewsbury, UK : European Powder Metallurgy Association, 1994.
- \_\_\_\_\_; \_\_\_\_\_. LEUZE, G. Einfluss von Kerben auf die Schwingfestigkeit von Sinterstahl. *Proc. International Powder Metallurgy Conference "P/M-82 in Europe"*. Milano, Italia : Associazione Italiana di Metallurgia, 1982, p. 107-116.
- EXNER, H. E.; POHL, D. Fracture behavior of sintered iron. *Powder Metallurgy International*, vol. 10, n. 4, p. 193-196, 1978.
- FERREIRA, Itamar. *Tenacidade à fratura, em condições elastoplásticas, das ligas de alumínio de alta resistência do tipo Al-6Zn-2Mg-xCu*. Campinas, SP, 1987. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia, Universidade Estadual de Campinas.
- FLECK, N. A.; SMITH, R. A. Effect of density on tensile strength, fracture toughness, and fatigue-crack propagation behaviour of sintered steel. *Powder Metallurgy*, vol. 24, n. 3, p. 121-125, 1981.
- FRANKE, Rainer; HAASE, Ingrid; RIEDEL, Helgard. Analyse von Nitrierschichten mit dem Rasterelektronenmikroskop. *Ifl-Mitteilungen*, vol. 28, n. 1, p. 18-25, 1989.
- FRANKLIN, P.; DAVIES, B. L. Metallographic aspects of fatigue of sintered iron. *Powder Metallurgy*, vol. 21, n. 1, p. 7-12, 1978.
- FUCHS, H. O.; STEPHENS, R. I. *Metal Fatigue in Engineering*. New York : John Wiley & Sons, 1980.

- FURUKIMI, Osamu; MARUTA, Keiichi; ABE, Teruyoshi; TAKAJO, Shigeaki; HABU, Yasuhiro. Partially prealloyed steel powder containing Ni and Mo for ultrahigh-strength sintered materials. *Powder Metallurgy*, vol. 34, n. 3, p. 212-214, 1991.
- GERARDIN, D.; MORNIROLI, J. P.; MICHEL, M.; GANTOIS, M. Microstructural study of  $\epsilon$ -iron-carbonitrides formed by a glow-discharge technique. *Journal of Materials Science*, vol. 16, p. 159-169, 1981.
- GONÇALVES, A. C.; PURQUÉRIO, B. M. Injeção de pós metálicos. *Metalurgia & Materiais*, ABM, vol. 52, n. 449, p. 30-37, Jan. 1996.
- GOTO, R.; CHINELLATO, H.; CONTI, G.; PATTINI, R. Materiais de ferro e aço utilizados na metalurgia do pó. *Metalurgia*, ABM, vol. 43, n. 361, p. 894-900, Dez. 1987.
- HAMIUDDIN, M. Correlation between mechanical properties and porosity of sintered iron and steels. *Powder Metallurgy International*, vol. 18, n. 2, p. 73-76, 1986.
- HANSEN, Max; ANDERKO, Kurt. *Constitution of Binary Alloys*. New York : McGraw-Hill, 1958.
- HARUMAN, E.; BELL, T.; SUN, Y. Compound-layer characteristics resulting from plasma nitrocarburising in atmospheres containing carbon-dioxide gas additions. *Surface Engineering*, vol. 8, n. 4, p. 275-282, 1992.
- HAYNES, R. Development of sintered low-alloy steels. *Powder Metallurgy*, vol. 32, n. 2, p. 140-146, 1989.
- HOMBECK, F.; BELL, T. Environmentally harmless plasma thermochemical processes. *Surface Engineering*, vol. 7, n. 1, p. 45-52, 1991.
- HUDIS, M. Study of ion nitriding. *Journal of Applied Physics*, vol. 44, n. 4, p. 1489-1496, 1973.
- INAL, Osman T.; OZBAYSAL, Kazim; METIN, E. S.; PEHLINVANTURK, N. Y. A review of plasma surface modification: process, parameters, and microstructural characterization. In: SPALVINS, Talivaldis & KOVACS, William (Eds.). *Proc. of ASM's 2nd International Conference on Ion Nitriding/Carburizing*, Cincinnati, Ohio, USA, 18-20 Sept. 1989. Materials Park, Ohio : ASM International, 1990, p. 57-66.
- INOKUTI, Y.; NISHIDA, N.; OHASHI, N. Formation of  $\text{Fe}_3\text{N}$ ,  $\text{Fe}_4\text{N}$  and  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  on the surface of iron. *Metallurgical Transactions A*, vol. 16A, p. 773-784, April 1975.
- ISO – INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. *Sintered metal materials, excluding hard metal – Fatigue test pieces*, ISO 3928. 1st. ed. [S. l.], 1977.
- JACK, K. H. The occurrence and the crystal structure of  $\alpha''$  iron nitride: a new type of interstitial alloy formed during the tempering of nitrogen-martensite. *Proc. Royal Society*, vol. A208, p. 216-224, 1951.



- \_\_\_\_\_. Nitriding. *Proc. Heat Treatment '73*. London : The Metals Society, 1975, p. 39-50.
- \_\_\_\_\_. Nitrogen precipitation – retrospect and prospect. *Proc. Conf. High Nitrogen Steels - HNS 88*, Lille, France, 18-20 May 1988. London : The Institute of Metals, 1989, p. 117-135.
- JACOBS, Herbert; RECHENBACH, Dirk; ZACHWIEJA, Uwe. Untersuchungen zur Struktur und zum Zerfall von Eisennitriden –  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N und  $\epsilon$ -Fe<sub>3</sub>N. *Härterei-Technische Mitteilungen*, vol. 50, n. 4, p. 205-213, 1995.
- JAMES, W. Brian. Overview of high-density P/M forming processes. *International Journal of Powder Metallurgy and Powder Technology*, vol. 21, n. 2, p. 163-182, 1985.
- \_\_\_\_\_. High-performance ferrous P/M materials for automotive applications. *Metal Powder Report*, vol. 46, n. 9, p. 26-32, 1991.
- \_\_\_\_\_. Recent developments in ferrous powder-metallurgy alloys. *The International Journal of Powder Metallurgy*, vol. 30, n. 2, p. 157-162, 1994.
- \_\_\_\_\_. ; CAUSTON, Robert J. Surface-hardenable heat-treated P/M steels. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 1992*, vol. 5, Metal Powder Industries Federation, p. 65-91, 1992.
- JINDAL, P. C. Ion nitriding of steels. *J. Vac. Sci. Technol.*, vol. 15, n. 2, March/April 1978, 313-317.
- JOHNSON, Peter K. P/M technology trends – 1997. *The International Journal of Powder Metallurgy*, vol. 33, n. 3, p. 13-19, 1997.
- JONES, B. K.; MARTIN, J. W. Residual stress distribution in nitrided En 41B steel as function of case depth. *Metals Technology*, p. 520-523, Nov. 1977.
- \_\_\_\_\_. ; \_\_\_\_\_. Fatigue-failure mechanisms in a nitrided En 41B steel. *Metals Technology*, p. 217-221, July 1978.
- JONES, C. K.; MARTIN, S. W.; STURGES, D. J.; HUDIS, M. Ion nitriding. *Heat Treatment '73*. London : The Metals Society, 1975, p. 71-77.
- JONES, Peter; BUCKLEY-GOLDER, Keith; LAWCOCK, Roger; SHIVANATH, Rohith. Densification strategies for high-endurance P/M components. *The International Journal of Powder Metallurgy*, vol. 33, n. 3, p. 37-44, 1997.
- KALPAKJIAN, Serope. *Manufacturing Engineering and Technology*. 3. ed. Reading, Massachusetts, USA : Addison-Wesley, 1995.
- KATZER, F.; WEHMEYER, K.; HOF, A.; KUPFER, B. Verfahrenseinflüsse auf die Mikrogeometrie beim Plasmanitrieren von Stahl. *Schmierungstechnik*, vol. 21, n. 6, p. 164-168, 1990.

- KELLER, K., Schichtaufbau glimmitrierter Eisenwerkstoffe, *Härterei-Technische Mitteilungen*, vol. 26, n. 2, p. 120-130, 1971.
- KOVACS, William; RUSSELL, William. An introduction to ion nitriding: What is it? Why is it used? Where is it used? In: SPALVINS, Talivaldis (Ed.). *Proc. Int. Conf. Ion Nitriding*, Cleveland, USA, 15-17 September 1986, ASM International, 1987, p. 9-17.
- KUBICKI, B. Stress concentration at pores in sintered materials. *Powder Metallurgy*, vol. 38, n. 4, p. 295-298, 1995.
- KÜHN-ARROYO, Ingeborg; MALISKA, Ana Maria; CHIMELLO, Oneide; CATTONI, Vanderlei. Aços sinterizados de elevada resistência nitretados por plasma, Parte I – evolução da superfície. *Anais do 11º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais – CBECIMAT*, Águas de São Pedro, SP, 11-14 Dez. 1994, p. 63-66, 1994.
- LAMPE, T.; EISENBERG, S.; LAUDIEN, G. Compound-layer formation during plasma nitriding and plasma nitrocarburising. *Surface Engineering*, vol. 9, n. 1, p. 69-76, 1993.
- LAWALL, Ivani. T.; MUZART, Joel L. R.; KÜHN-A., Ingeborg; SOUZA, Antônio R. Microscopic characteristics of plasma-nitrided AISI 4340 steel. *Journal of Materials Science*, vol. 28, p. 5036-5039, 1993.
- LAWCOCK, R. L.; DAVIES, T. J. Effect of carbon on dimensional and microstructural characteristics of Fe-Cu compacts during sintering. *Powder Metallurgy*, vol. 33, n. 2, p. 147-150, 1990.
- LEDOUX, L.; PRIOUL, C. The influence of pore morphology on the monotonic and cyclic properties of sintered iron. *Proc. Conf. Modern Developments in Powder Metallurgy*, Orlando, USA, 5-10 June 1988. Metal Powder Industries Federation, vol. 21, 1988, p. 41-53.
- LENEL, F. V. *Powder Metallurgy – Principles and Applications*. Princeton, New Jersey : Metal Powder Industries Federation, 1980.
- LI, Shi; MANORY, Rafael R. Surface morphology and compound-layer pores of plasma-nitrocarburized low-carbon steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 27A, p. 135-143, January 1996.
- LIGHTFOOT, B. J.; JACK, D. H. Kinetics of nitriding with and without white-layer formation. In: *Source Book on Nitriding*, American Society for Metals, 1977, p. 248-254.
- LINDBERG, Caroline; ENGSTRÖM, Ulf; ENGDAHL, Per. Sintered high-strength materials. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 1992*, vol. 5, Metal Powder Industries Federation, p. 107-114, 1992.
- LINDQVIST, Björn. A molybdenum-alloyed P/M steel for surface hardening. *Proc. International Conference on Powder Metallurgy (PM '90)*. London : The Institute of Metals, 1990, p. 170-177.



- \_\_\_\_\_. Fatigue of PM materials – present status and future possibilities. *Transactions of the PMAI*, vol. 19, p. 68-75, 1992.
- MASHL, S. J.; SMITH, D. W. Tensile properties of high-strength nearly-pore-free impact P/F 4650 steel as influenced by forging temperature and macroscopic strain. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 1994*, vol. 7, Metal Powder Industries Federation, p. 367-380, 1994.
- METALLOGRAPHIC Handbook : Ferrous powder metallurgy. [S. l.] : Hoeganaes Corporation, 1995.
- METALS Handbook, 8. ed., vol. 8 : Metallography, structures and phase diagrams. Metals Park, Ohio, USA : American Society for Metals, 1973.
- METIN, O.; INAL, O. T. Formation and growth of iron nitrides during ion-nitriding. *Journal of Materials Science*, vol. 22, p. 2782-2788, 1987.
- MICHEL, H. Nitruration de surfaces métalliques. In: *Intéractions Plasmas Froids – Matériaux*, Journées d'Etudes "Oleron 87", 21-25 Septembre 1987. Les Ulis Cedex, France : Les Editions de Physique, 1987, p. 465-486.
- \_\_\_\_\_; FOOS, M.; GANTOIS, M. Metallurgical characterization of plasma-induced  $\epsilon$ -iron carbonitride layers. In: SPALVINS, Talivaldis (Ed.). *Proc. Int. Conference on Ion Nitriding*, Cleveland, USA, 15-17 September 1986, ASM International, 1987, p. 117- 125.
- \_\_\_\_\_; CZERWIEC, T.; GANTOIS, M.; ABLITZER, D.; RICARD, A., Progress in the analysis of the mechanisms of ion nitriding. *Surface and Coatings Technology*, n. 72, p. 103-111, 1995.
- MITTEMEIJER, Eric Jan. Fatigue of case-hardened steels; role of residual macro- and microstresses. *J. Heat Treating*, vol. 3, n. 2, p. 114-119, Dec. 1983.
- \_\_\_\_\_; VOGELS, A. B. P.; VAN DER SCHAAF, P. J (1980a). Aging at room temperature of nitrated  $\alpha$ -iron. *Scripta Metallurgica*, vol. 14, p. 411-416, 1980.
- \_\_\_\_\_; STRAVER, W. T. M.; COLIJN, P. F.; VAN DER SCHAAF, P. J.; VAN DER HOEVEN, J. A. (1980b). The conversion cementite  $\rightarrow \epsilon$ -nitride during the nitriding of FeC-alloys. *Scripta Metallurgica*, vol. 14, p. 1189-1192, 1980.
- \_\_\_\_\_; VOGELS, A. B. P.; VAN DER SCHAAF, P. J. (1980c) Morphology and lattice distortions of nitrated iron and iron-chromium alloys and steels. *Journal of Materials Science*, vol. 15, p. 3129-3140, 1980.
- MIURA, Hideshi; BABA, Takeharu; HONDA, Tadatoshi. The effect of heterogeneous structure on the properties of sintered low-alloy steels. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 1996*, vol. 13, Metal Powder Industries Federation, p. 42-49, 1996.

- \_\_\_\_\_; TOKUNAGA, Y. The effect of phosphorus additions on the structure and mechanical properties of sintered iron compacts. *The International Journal of Powder Metallurgy & Powder Technology*, vol. 21, n. 4, p. 269-280, 1985.
- M & M – Metalurgia do pó, um segmento em expansão mundial. *Metalurgia & Materiais*, ABM - São Paulo : Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, Janeiro de 1997, p. 14-19.
- MOCARSKI, S.; HALL, D. W. High-temperature sintering of ferrous powder metal in nitrogen-base atmospheres. In: SANDEROW, Howard I. (Ed.) *New Perspectives in Powder Metallurgy: High-Temperature Sintering*. Princeton, NJ : Metal Powder Industries Federation, 1990, p. 191-215.
- MOLINARI, Alberto; MARCHETTI, F.; STRAFFELINI, Giovanni. AES study of ion-nitrided Fe-Mo and Fe-Mo-P P/M alloys. *Scripta Metallurgica et Materialia*, vol. 33, n. 6, p. 871-876, 1995.
- \_\_\_\_\_; STRAFFELINI, Giovanni; CANTERI, Roberto. Heat treatment and mechanical behavior of sintered Fe-C-P steels. *The International Journal of Powder Metallurgy*, vol. 30, n. 3, p. 283-291, 1994.
- \_\_\_\_\_; STRAFFELINI, Giovanni; TESI, B. Influence of phosphorus on heat and thermochemical treatment of sintered steels. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 1992*, vol. 4, Metal Powder Industries Federation, p. 13-23, 1992.
- \_\_\_\_\_; TESI, B.; BACCI, T.; PRADELLI, G. Low-temperature ion nitriding of Fe-Mo-C sintered steels. *Journal de Physique IV, supplément au Journal de Physique III*, vol. 3, p. 949-954, Nov. 1993.
- \_\_\_\_\_; TESI, B.; BACCI, T.; PRADELLI, G.; BOCCHINI, G. F. Microstructural and mechanical characterization of ion-nitrided surfaces of sintered steels. *Proc. International Conference on Powder Metallurgy (PM '90)*. London : The Institute of Metals, 1990, p. 407-414.
- MORENO, Adriano; BINDER, Roberto; MUZART, Joel L. R.; SOUZA, Antônio R.; KLEIN, Aloísio N. Reator piloto de nitretação por plasma. *Anais do Seminário de Materiais/AEA*, 12 Dez. 1996, vol. 1. São Paulo : Associação Brasileira de Engenharia Automotiva, 1996, p. 56-72.
- MPIF Standard 05. Method for determination of sieve analysis of metal powders. *MPIF Standard Test Methods*, 1985-1986 Edition. Princeton, NJ : Metal Powder Industries Federation, 1985, p. 13-14.
- MPIF Standard 10. Method for tension-test specimens for pressed and sintered metal powders. *MPIF Standard Test Methods*, 1985-1986 Edition. Princeton, NJ : Metal Powder Industries Federation, 1985, p. 27-28.



- MPIF Standard 42. Method for determination of density of compacted or sintered metal powders. *MPIF Standard Test Methods*, 1985-1986 Edition. Princeton, NJ : Metal Powder Industries Federation, 1985, p. 73-75.
- MRIDHA, S.; JACK, D. H. (1982a). Etching techniques for nitrided irons and steels. *Metallography*, vol. 15, p. 163-175, 1982.
- \_\_\_\_\_; \_\_\_\_\_. (1982b). Characterization of nitrided 3% chromium steel. *Metal Science*, vol. 16, p. 398-404, August 1982.
- NARASIMHAN, K. S. V. L.; TENGZELIUS, Jan. P/M low-alloy steels – alloying methods and continuous improvement. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 1992*, vol. 5, Metal Powder Industries Federation, p. 153-176, 1992.
- NAUMANN, Friedrich Karl; LANGENSCHIED, Gerhard. Beitrag zum System Eisen-Stickstoff-Kohlenstoff. *Archiv für das Eisenhüttenwesen*, vol. 36, n. 9, p. 677-682, 1965.
- NOSRATINIA, M. A. Carbon and nitrogen interaction relationships with residual-stress distribution in plasma-nitrided low-alloy steels. In: P. VICENZINI (Ed.). *High-Performance Ceramic Films and Coatings* (27-30 June 1990, Montecatini Terme, Italia). Elsevier Science Publishers, 1991, p. 429-441.
- O'BRIEN, R. C. Impact and fatigue characterization of selected ferrous P/M materials. In: SANDEROW, Howard I. (Ed.) *New Perspectives in Powder Metallurgy: High-Temperature Sintering*. Princeton, NJ : Metal Powder Industries Federation, 1990, p. 363-395.
- O'BRIEN, James M.; GOODMAN, Dan. Plasma (Ion) Nitriding. In: *ASM Handbook*, vol. 4 (Heat Treating). USA : ASM International, 1991, p. 420-424.
- OLIVEIRA, Adelci Menezes de. *Estudo da influência da nitretação e nitrocementação por plasma sobre a redução de porosidade superficial em amostras de ferro puro sinterizado*. Florianópolis, 1998. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Catarina.
- OSUCH, Anna. The effect of ion nitriding on the geometrical properties of surface layers. *Zagadnienia Eksploatacji Maszyn*, vol. 29, p. 559-564, 1994.
- PALMA, Ernani Sales. Influência da porosidade sobre a variação volumétrica e tenacidade à fratura de aços sinterizados. *Anais do IV Seminário de Metalurgia do Pó*, São Paulo, SP, 22-23 de Novembro de 1995, p. 133-149.
- PINASCO, M. R.; PALOMBARINI, G.; IENCO, M. G.; BOCCHINI, G. F. Composition and morphology of Fe-N off-equilibrium phases in a nitrided Fe-1,5wt.%Mo sintered alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 220, p. 217-224, 1995.
- POWDER Diffraction File Search Manual for Common Phases Inorganic and Organic - 1981. Swarthmore, Pennsylvania, USA : JCPDS – International Centre for Diffraction Data, 1981.

- PRADELLI, G., BACCI, T., TESI, B., MOLINARI, A.; BOCCHINI, G. F. Leghe sinterizzate Fe-Mo, Fe-Mo-C: comportamento nel trattamento di nitrurazione in scarica ionica. *La Metallurgia Italiana*, vol. 84, n. 3, p. 243-248, 1992.
- PRESTON, S. Bending fatigue strength of nitrocarburized steel SS2244. *Materials Science and Engineering*, vol. A160, p. 7-15, 1993.
- QIAN, J.; FATEMI, A.; CORDES, T. S. The influence of subsurface nucleation on uniaxial-fatigue behavior of ion-nitrided specimens. *Proc. 5th. Int. Conference on Fatigue and Fatigue Thresholds*, Montreal, Canada, 3-7 May 1993, vol. 1, 1993, p. 329-334.
- \_\_\_\_\_; \_\_\_\_\_. Cyclic deformation and fatigue behaviour of ion-nitrided steel. *International Journal of Fatigue*, vol. 17, n. 1, p. 15-24, 1995.
- REMBGES, Wolfgang. Plasmanitriding of PM parts. *Metal Powder Report*, p. 765-768, Nov. 1988.
- \_\_\_\_\_. (1992a). Nitruration et nitrocarburation au plasma. *Traitement Thermique*, n. 253, p. 77-84, 1992.
- \_\_\_\_\_. (1992b). Influence of material and density upon ionitriding of P/M parts. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 1992*, vol. 4, Metal Powder Industries Federation, p. 41-54, 1992.
- RIE, Kyong-Tschong. Current Status of plasma diffusion treatment technique and trends in new application. In: SPALVINS, Talivaldis & KOVACS, William (Eds.). *Proc. of ASM's 2nd International Conference on Ion Nitriding/Carburizing*, Cincinnati, Ohio, USA, 18-20 Sept. 1989. Materials Park, Ohio : ASM International, 1990, p. 45-54.
- \_\_\_\_\_; LAMPE, T.; EISENBERG, S. Surface treatment of PM materials by plasma nitrocarburizing. *Proc. Conf. PM 86 – International Powder-Metallurgy Conference and Exhibition*, Düsseldorf, Germany, 7-11 July 1986. Freiburg : Verlag Schmid GmbH, Part 1, 1986, p. 361-364.
- \_\_\_\_\_; SCHNATBAUM, Frank. Materials selection and process control for plasma-diffusion treatment of PM materials. In: SPALVINS, Talivaldis & KOVACS, William (Eds.). *Proc. of ASM's 2nd International Conference on Ion Nitriding/Carburizing*, Cincinnati, Ohio, USA, 18-20 Sept. 1989. Materials Park, Ohio : ASM International, 1990, p. 81-89.
- ROBINO, C. V.; INAL, T. Ion-nitriding behaviour of several low-alloy steels. *Materials Science and Engineering*, n. 59, p. 79-90, 1983.
- RODZINAK, D.; SLESAR, M. The fatigue curve of sintered iron and its microstructural and fractographic interpretation. *Powder Metallurgy International*, vol. 12, n. 3, p. 127-130, 1980.
- ROSA, Celso Souza; KLEIN, Aloísio Nelmo; KÜHN-ARROYO, Ingeborg; BLASS, Arno. Homogeneização de aços sinterizados, Parte II – Influência do grau de homogeneização sobre



- as propriedades mecânicas. *Anais do IX Congresso Brasileiro de Engenharia Mecânica (COBEM 87)*, Florianópolis, SC, p. 1121-1124, 1987.
- ROSSO, M.; SCAVINO, G. Studies on ion-nitriding of sintered steels. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 1989*, vol. 1, Metal Powder Industries Federation, p. 265-279, 1989.
- \_\_\_\_\_; SCAVINO, G.; DE REGE, A.; HONG, B. D.; L'ESPÉRANCE, G. Characteristics of nitrocarburized Ni,Mo alloyed P/M steel samples. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 1995*, vol. 8, Metal Powder Industries Federation, p. 27-38, 1995.
- \_\_\_\_\_; SCAVINO, G.; UBERTALLI, G. Ferritic nitrocarburizing of sintered steels. *Proc. International Conference on Powder Metallurgy (PM '90)*. London : The Institute of Metals, 1990, p. 325-330.
- \_\_\_\_\_; SCAVINO, G.; UBERTALLI, G. Properties of plasma-nitrocarburized sintered steels. *Proc. Conf Surface Modification Technologies IV*, Paris, France, 6-9 Nov. 1990. The Minerals, Metals & Materials Society, 1991, p. 461-470.
- ROZENDAAL, H. C. F.; COLIJN, P. F.; MITTEMEIJER, E. J. Morphology, composition, and residual stresses of compound layers of nitrocarburized iron and steels. *Surface Engineering*, vol. 1, n. 1, p. 30-42, 1985.
- RUTZ, Howard G.; MURPHY, Thomas F.; CIMINO, Tina M. Effect of microstructure on fatigue properties of high-density ferrous P/M materials. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 1996*, vol. 13, Metal Powder Industries Federation, p. 375-389, 1996.
- SALAK, A.; MISKOVIC, V.; DUDROVÁ, E.; RUDNAYOVÁ, E. The dependence of mechanical properties of sintered iron compacts upon porosity. *Powder Metallurgy International*, vol. 6, n. 3, p. 128-132, 1974.
- SANDEROW, Howard I. High-temperature sintering of ferrous P/M components. In: SANDEROW, Howard I. (Ed.) *New Perspectives in Powder Metallurgy: High-Temperature Sintering*. Princeton, NJ : Metal Powder Industries Federation, 1990, p. 15-34.
- SCHNATBAUM, Frank; RIE, Kyong-Tschong; WÄHLING, R.; BAUM, U. Plasmadiffusions-behandlungen von Sintereisenwerkstoffen in gepulsten und nicht gepulsten Gleichstromplasmen. *Härterei-Technische Mitteilungen*, vol. 48, n. 3, p. 172-181, 1993.
- SEYBOLT, A. U. Some observations on the metallurgy of ion nitriding. *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, vol. 245, p. 769-778, April 1969.
- SLYCKE, J.; SPROGE, L. Kinetics of the gaseous nitrocarburising process. *Surface Engineering*, vol. 5, n. 2, p. 125-140, 1989.
- SOMERS, Marcel A. J.; COLIJN, Pieter F.; SLOOF, Willem G.; MITTEMEIJER, Eric J. Microstructural and compositional evolution of iron carbonitride compound layers during salt-bath nitrocarburizing. *Zeitschrift für Metallkunde*, vol. 81, n. 1, p. 33-43, 1990.

- \_\_\_\_; MITTEMEIJER, Eric J. Formation and growth of compound layer on nitrocarburizing iron: kinetics and microstructural evolution. *Surface Engineering*, vol. 3, n. 2, p. 123-137, 1987.
- \_\_\_\_; \_\_\_\_\_. Model description of iron-carbonitride compound-layer formation during gaseous and salt-bath nitrocarburizing. *Materials Science Forum*, vols. 102-104, p. 223-228, 1992.
- SONSINO, Cetin Morris. Fatigue design for powder metallurgy. *Proc. International Conference on Powder Metallurgy (PM '90)*. London : The Institute of Metals, 1990, p. 42-88.
- \_\_\_\_; ESPER, F. J.; LEUZE, G. Festigkeitsverhalten von Sinterstählen aus der Sicht anwendungsrelevanter Kenndaten. *Materialprüfung*, vol. 24, n. 1, p. 15-21, 1982.
- \_\_\_\_; SCHLIEPER, G. Improvement of mechanical properties of diffusion- and pre-alloyed sintered steels by heat treatments. *Powder Metallurgy International*, vol. 24, n. 6, p. 339-345, 1992.
- \_\_\_\_; SCHLIEPER, G.; HUPPMANN, W. J. How to improve the fatigue properties of sintered steels by combined mechanical and surface treatments. *Proc. Conf. Modern Developments in Powder Metallurgy*. Princeton, NJ : Metal Powder Industries Federation, vol. 16, 1985, p. 33-49.
- \_\_\_\_; TENGZELIUS, J.; SCHLIEPER, G. Influence of as-sintered material strength on the improvement of fatigue behaviour by surface rolling. *Proc. International Conference on Powder Metallurgy (PM '90)*. London : The Institute of Metals, 1990, p. 497-508.
- SOTELO, Gabriel C. *A porosidade nas propriedades estáticas e na fadiga do ferro sinterizado*. Florianópolis, 1993. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Catarina.
- SPALVINS, Talivaldis. Tribological and microstructural characteristics of ion-nitrided steels. *Proc. Int. Conf. on Metallurgical Coatings*, San Diego, USA, April 18-22, 1983, p. 157-163, 1983.
- \_\_\_\_. Frictional and structural characterization of ion-nitrided low and high chromium steels. *J. Vac. Sci. Technol.*, vol. A3, n. 6, p. 2329-2333, Nov./Dec. 1985.
- \_\_\_\_. Advances and directions of ion nitriding/carburizing. In: SPALVINS, Talivaldis & KOVACS, William (Eds.). *Proc. of ASM's 2nd International Conference on Ion Nitriding/Carburizing*, Cincinnati, Ohio, USA, 18-20 Sept. 1989. Materials Park, Ohio : ASM International, 1990, p. 1-4.
- SPIES, Heinz-Joachim. Fatigue behaviour of nitrided steels. *Steel Research*, vol. 64, n. 8/9, p. 441-448, 1993.
- \_\_\_\_; SCHARF, Manuela; KALDOR, Mihaly. Zur Fraktographie des Ermüdungsbruchs nitrierter Stähle. *Neue Hütte*, vol. 30, n. 3, p. 107-110, März 1985.



- STAINES, A. M. Trends in plasma-assisted surface engineering processes. *Heat Treatment of Metals*, 1990.4, p. 85-92.
- STAINES, A. M. Today's processing options for nitriding – gaseous and plasma routes compared. *Heat Treatment of Metals*, 1996.1, p. 1-6.
- STAINES, A. M.; BELL, T. Technological importance of plasma-induced nitrided and carburized layers on steel. *Thin Solid Films*, vol. 86, p. 201-211, 1981.
- STRAFFELINI, Giovanni; FONTANARI, V.; MOLINARI, A. Strain-hardening behaviour of sintered steels under tensile and impact loading. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 1994*, vol. 2, Metal Powder Industries Federation, p. 51-59, 1994.
- \_\_\_\_\_; \_\_\_\_\_; \_\_\_\_\_; BERTINI, L. (1996a). Experimental and theoretical study of the bending behaviour of sintered alloys with different microstructures. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 1996*, vol. 13, Metal Powder Industries Federation, p. 71-76, 1996.
- \_\_\_\_\_; \_\_\_\_\_; \_\_\_\_\_ (1996b). Evaluation of ductility of P/M alloys using the coefficient of collaboration. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 1996*, vol. 13, Metal Powder Industries Federation, p. 77-87, 1996.
- \_\_\_\_\_; LIPP, K.; WAEHLING, R.; TENGZELIUS, J.; SONSINO, C. M. Comportamento a fatica di acciai sinterizzati trattati termicamente. *14<sup>e</sup> Convegno Nazionale Trattamenti Termici*, Salsomaggiore, Italia, 12-14 maggio 1993, p. 109-118.
- \_\_\_\_\_; MOLINARI, A.; TESI, B.; BACCI, T. Influence of plasma nitriding on rolling-sliding wear of Fe-Mo sintered steels. *Materials Science and Technology*, vol. 11, p. 351-356, April 1995.
- \_\_\_\_\_; \_\_\_\_\_; TIZIANI, A. Effect of microstructure on the mechanical reliability of P/M steels. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 1992*, vol. 5, Metal Powder Industries Federation, p. 445-455, 1992.
- STRAVER, W. T. M.; ROZENDAAL, H. C. F.; MITTEMEIJER, E. J. Consequences of heterogeneous nitriding of  $\alpha$ -iron: dislocation production and oriented precipitation. *Metallurgical Transactions A*, vol. 15A, p. 627-637, April 1984.
- SUN, Y.; BELL, T. Plasma surface engineering of low-alloy steel. *Materials Science and Engineering*, vol. A140, p. 419-434, 1991.
- TAKATA, J.; KAWAI, N. Dimensional changes during sintering of iron-based powders. *Powder Metallurgy*, vol. 38, n. 3, p. 209-213, 1995.
- TESI, B.; MOLINARI, A.; BACCI, T.; PRADELLI, G. Sintered-steel surface treatments: ion-nitriding applications. *Proc. Conf. Evolution of Advanced Materials*, Milano, Italia, 31 May - 2 June 1989, p. 557-565, 1989.

- THÜMMLER, F. Beiträge zur Entwicklung legierter hochfester Sinterstähle. *Powder Metallurgy International*, vol. 20, n. 2, p. 39-47, 1988.
- THÜMMLER, F.; OBERACKER, R. *An Introduction to Powder Metallurgy*. London : The Institute of Materials, 1993.
- TOKIMATSU, Ruis C.; SOKEI, Celso R. Micromecanismos de fratura associados ao processo de fratura por fadiga. *Anais do 10º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais – CBECIMAT*, Águas de Lindóia, SP, Dez. 1992, p. 792-795.
- TOSIC, M. M.; TERZIC, I.; GLIGORIJEVIC, R. Plasma nitriding of powder metal steel. *Vacuum*, vol. 40, n. 1, p. 131-134, 1990.
- TYLER, David. Surface pre-stressing for densification and fatigue-strength improvements. *Proc. International Conference on Powder Metallurgy (PM '90)*. London : The Institute of Metals, 1990, p. 415-418.
- WAHL, Georg; ALWART, Sharon. Improvement of tribological properties through nitrocarburizing. *Proc. 83rd. AESF Annual Technical Conference (SUR/FIN '96)*, vol. 83. American Electroplaters and Surface Finishers Society, 1996, p. 11-20.
- WANG, K. C.; PRUCHER, Tom. Fracture-toughness measurements of P/M steels. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 1994*, vol. 2, Metal Powder Industries Federation, p. 69-81, 1994.
- WANIBE, Yoshimoto; YOKOYAMA, Hiroyasu; ITOH, Takashi. Expansion during liquid-phase sintering of iron-copper compacts. *Powder Metallurgy*, vol. 33, n. 1, p. 65-69, 1990.
- WEISS, Brigitte; STICKLER, Roland; SYCHRA, Hana. High-cycle fatigue behaviour of iron-based PM-materials. *Metal Powder Report*, p. 187-192, March 1990.



## **APÊNDICE I**

### **DEFINIÇÕES DE PARÂMETROS DE TEXTURA SUPERFICIAL**

**Reprodução do texto de informação técnica intitulado**

***Definitions, Surface Texture Parameters***

**publicado pela firma Feinprüf Perthen GmbH,  
fabricante do rugosímetro empregado neste trabalho (item 3.8).**

# perthometer



## Definitions, Surface Texture Parameters

**Real surface** (DIN 4762, ISO 4287/1) separates a body from the surrounding medium.

**Stylus instrument** enables the two-dimensional tracing of a surface. The stylus is traversed normal to the surface at constant speed.

**Real profile** is the enveloping profile of the real surface acquired by means of a stylus instrument. The real profile contains form deviations, waviness and roughness (DIN 4760).

**Evaluation** always refers to the real profile.

**Cut-off  $\lambda_c$**  of a profile filter determines which wavelengths belong to roughness and which ones to waviness.

**Sampling length  $l_s$**  is a part of the traversing length  $l_t$  having the cut-off  $\lambda_c$ .

The sampling length is the reference length for roughness evaluation.

**Evaluation length  $l_m$**  is that part of the traversing length  $l_t$  which is evaluated. The evaluation length containing five consecutive sampling lengths is taken as standard.

**Pre-travel** is the first part of the traversing length  $l_t$ .

**Post-travel** is the last part of the traversing length  $l_t$ . Pre-travel and post-travel are required for phase-corrected filtering.

**Traversing length  $l_t$**  is the overall length travelled by the tracing system when acquiring the real profile. It is the sum of pre-travel, evaluation length  $l_m$  and post-travel.

### Roughness parameters: Definition and determination

DIN 4762, ISO 4287/1 and 4288

**Roughness parameters** are defined with respect to a sampling length  $l_s$  ( $\triangleq$  reference length  $l \triangleq$  cut-off  $\lambda_c$ ), if not specified otherwise. Results are indicated as mean values of several sampling lengths. Five sampling lengths are taken as standard, otherwise the number of sampling lengths is stated.

**Reference line** for roughness evaluation is the long-wave mean line of the real profile generated by a filter. According to DIN 4762 the reference line for roughness evaluation is a mean straight line within a sampling length.

### Profile filter

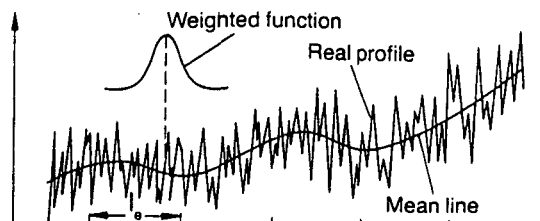
DIN 4777

**Profile filters** divide the real profile into long-wave components belonging to the waviness profile and short-wave components forming the roughness profile.

**Mean line** is generated by a phase-corrected filter by calculating a weighted average for each point of the real profile.

**Weighted function** indicates for each point of the profile the assessment factor with which the adjacent profile points enter into averaging (Gaussian curve).

**R-profile (roughness profile):** Deviations of the real profile from the mean line. When presenting the roughness profile, the mean line is the zero line.





# perthometer

## $P_t$ Profile depth

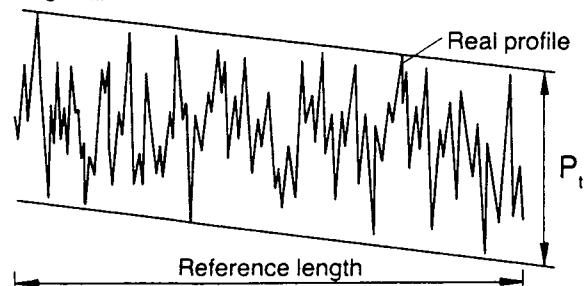
DIN 4771

**Profile depth  $P_t$**  is the distance between two equidistant limiting lines having the form of a geometrically ideal profile and encompassing the real profile within the reference length at a minimum distance.

The reference length has to be stated.

**Linear regression line** intersects the real profile so that the sum of the squares of all profile deviations within the evaluation length  $l_m$  is minimal.

**P-profile** (aligned profile) represents the deviations from the linear regression line within the evaluation length  $l_m$ .



## Selection of cut-off $\lambda_c$

DIN 4768, ISO 4288

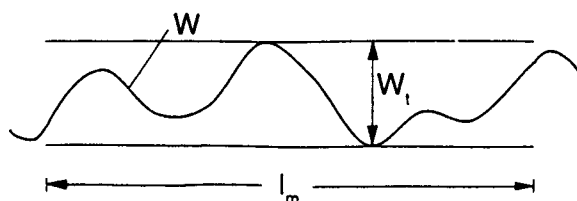
Periodic profiles	Non-periodic profiles		Cut-off	Sampling/evaluation length
Spacing of prof. irregularities $S_m$ (mm)	$R_z$ ( $\mu m$ )	$R_a$ ( $\mu m$ )	$\lambda_c$ (mm)	$l_e / l_m$ (mm)
>0.01 up to 0.04	up to 0.1	up to 0.02	0.08	0.08 / 0.4
>0.04 up to 0.13	>0.1 up to 0.5	>0.02 up to 0.1	0.25	0.25 / 1.25
>0.13 up to 0.4	>0.5 up to 10	>0.1 up to 2	0.8	0.8 / 4
>0.4 up to 1.3	>10 up to 50	>2 up to 10	2.5	2.5 / 12.5
>1.3 up to 4	>50	>10	8	8 / 40

## $W_t$ Waviness depth

DIN 4774

**Waviness depth  $W_t$**  is the vertical distance between two equidistant limiting lines having the form of a geometrically ideal profile and encompassing the waviness profile within the evaluation length  $l_m$  at a minimum distance.

**W-profile (waviness profile)** is the mean line generated by the profile filter without long-wave profile components which belong to form.



## $R_a, R_q$ Mean roughness

DIN 4762, DIN 4768, ISO 4287/1

**Arithmetical mean deviation  $R_a$**  is the arithmetical mean of the areas of all profile values of the roughness profile.

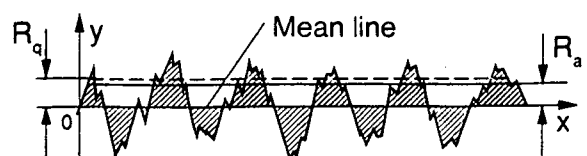
$$R_a = \frac{1}{l} \int_0^l |y(x)| dx$$

**Root-mean-square deviation  $R_q$**  is the root-mean-square calculation of all profile values of the roughness profile.

$$R_q = \sqrt{\frac{1}{l} \int_0^l y^2(x) dx}$$

$y(x)$  = profile values of the roughness profile.

$R_a$  is also called AA and CLA.  $R_q$  also RMS.





## $R_z, R_{\max}$ Roughness depth

DIN 4768

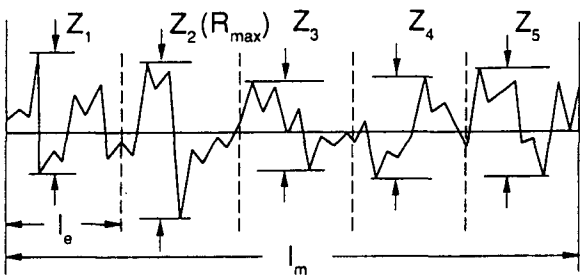
**Single roughness depth  $Z_i$**  is the vertical distance of the highest to the deepest profile point ( $= R_y$ ).

**Mean roughness depth  $R_z$**  is the mean value of the single roughness depths  $Z_i$  of consecutive sampling lengths:

$$R_z = R_{zDIN} = \frac{1}{n} (Z_1 + Z_2 + \dots + Z_n).$$

$R_{zDIN}$  is equal to the  $R_y$  mean value of several sampling lengths as per DIN 4762.

**Maximum roughness depth  $R_{\max}$**  is the largest single roughness depth within the evaluation length.



## $R_{zISO}, R_c$

ISO 4287/1, DIN 4762

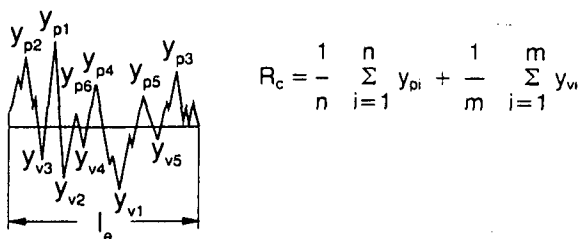
$R_{zISO}$  is the arithmetical mean value of the amplitudes of the five highest profile peaks and the five deepest profile valleys:

$$R_{zISO} = \frac{1}{5} \sum_{i=1}^5 y_{pi} + \frac{1}{5} \sum_{i=1}^5 y_{vi}$$

Profile peaks and profile valleys are determined by the mean line.

If there are less than five peaks and valleys within a sampling length  $l_e$ ,  $R_{zISO}$  may not be defined.

$R_c$  is the arithmetical mean value of the amplitudes of all profile peaks and profile valleys.



## $R_p$ Levelling depth, $R_m, R_y$

DIN 4762

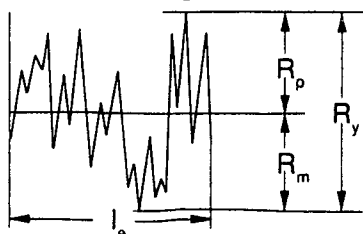
$R_p$  is the distance between the highest profile peak and the reference line (levelling depth).

According to an older definition the  $R_p$  mean value is called  $R_{pm}$ . In this case,  $R_p$  is the maximum levelling depth of several sampling lengths.

$R_m$  is the distance between the deepest profile valley and the reference line.  $R_m$  is also called  $R_v$  (profile valley depth).

$R_y$  is the vertical distance between the highest peak and the deepest valley:  $R_y = R_p + R_m$ .

$R_y$  corresponds to the definition of a single roughness depth  $Z_i$  as per DIN 4768, i.e. the  $R_y$  mean value of several sampling lengths is identical to  $R_{zDIN}$ .



**Roughness depth  $R_i$**  as per DIN 4762 (1960) corresponds to the  $R_y$  definition.  $R_i$  was withdrawn in 1978.

## $R_{3z}$ Base roughness depth

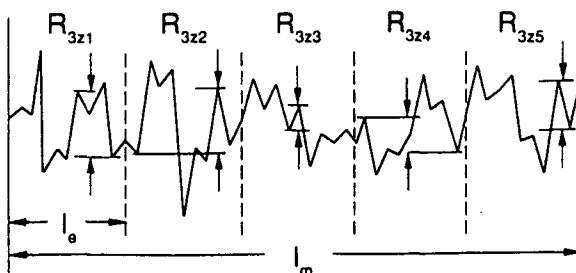
Daimler Benz N 31007 (1983)

**Single roughness depth  $R_{3zi}$**  is the vertical distance of the third highest peak to the third deepest valley within a sampling length  $l_e$ .

**Base roughness depth  $R_{3z}$**  is the mean value of the single roughness depth  $R_{3zi}$  of five consecutive sampling lengths  $l_e$ .

$$R_{3z} = \frac{1}{5} (R_{3z1} + R_{3z2} + \dots + R_{3z5})$$

Profile peak and profile valley must exceed a vertical as well as a horizontal minimum value.





## $M_r, t_p$ Material ratio

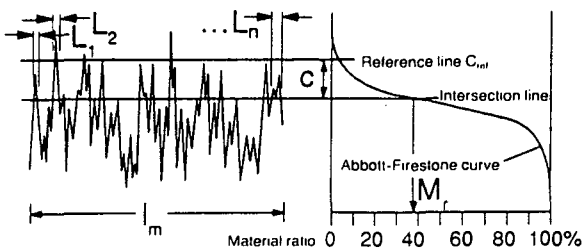
DIN 4762, ISO 4287/1

**Material ratio  $M_r$  (= bearing ratio  $t_p$ )** is the ratio expressed in percent of the material-filled length to the evaluation length  $l_m$  at the profile section level  $c$ .

$$M_r = \frac{1}{l_m} (L_1 + L_2 + \dots + L_n) 100 [\%]$$

The designation  $M_r$  for material ratio as per DIN 4776 is preferred to the designation  $t_p$ . The profile section level  $c$  is the distance between the evaluated intersection line and the selected reference line  $c_{ref}$ .

**Material ratio curve (Abbott-Firestone curve)** shows the material ratio  $M_r$  as a function of the profile section level  $c$ .



## $R_k, R_{pk}, R_{vk}, M_{r1}, M_{r2}$

DIN 4776

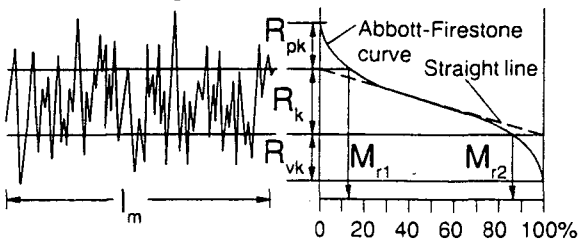
The roughness profile as per DIN 4776 is generated by a special filtering technique minimising residual profile distortions. A straight line divides the Abbott-Firestone curve into three areas:

**Core roughness depth  $R_k$**  is the depth of the roughness core profile.

**Reduced peak height  $R_{pk}$**  is the mean height of the peaks protruding from the core area.

**Reduced valley depth  $R_{vk}$**  is the mean depth of the valleys extending from the core area.

**$M_{r1}$  and  $M_{r2}$**  are the smallest and the highest material ratios of the roughness core profile.



## $S_m, \Delta_q, \lambda_q$

DIN 4762

**$S_m$**  is the arithmetical mean value of the widths of the profile elements within the sampling length  $l_s$ .

$S_m = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n S_{mi}$  A profile element is a profile peak and an adjacent profile valley (= profile irregularity DIN 4762).

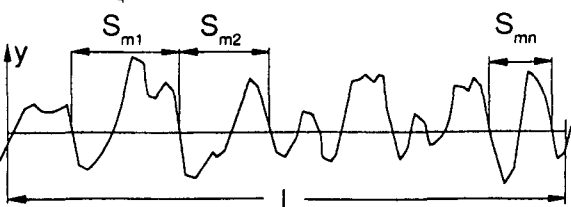
The parameter  $S_m$  can be compared with the parameter  $A$  as per DIN 4762 (1960).

**$\Delta_q$**  is the root-mean-square slope of the profile.

$$\Delta_q = \sqrt{\frac{1}{l} \int_0^l \left( \frac{dy}{dx} \right)^2 dx}$$

**$\lambda_q$**  is the root-mean-square wavelength.

$$\lambda_q = 2\pi \frac{R_q}{\Delta_q}$$



## $P_c$ , HSC Peak counts

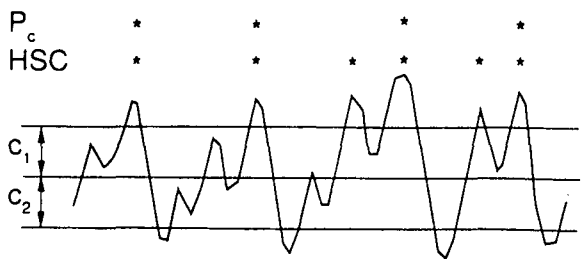
**$P_c$**  is the number of profile characteristics per cm which pass first through the set upper profile section level and then through the lower.

An older definition of  $P_c$  is  $T_l$

**HSC** is the number of profile peaks per cm exceeding the set profile section level.

An older definition of HSC is  $S$

In order to show that the peak counts are calculated from the roughness profile,  $P_c$  and HSC are also called  $RP_c$  and  $RHSC$ .



**Feinprüf Perthen GmbH**

D-3400 Goettingen P.O.Box 1853 Phone (551) 7073-0 Fax (551) 71021